

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ENGENHARIA QUÍMICA
BACHARELADO EM ENGENHARIA QUÍMICA

VINÍCIUS LEME DE MELO

**CARACTERIZAÇÃO MINERAL DE UM LATOSSOLO VERMELHO
DISTRÓFICO DA REGIÃO DOS CAMPOS GERAIS**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

PONTA GROSSA

2018

VINÍCIUS LEME DE MELO

**CARACTERIZAÇÃO MINERAL DE UM LATOSSOLO VERMELHO
DISTRÓFICO DA REGIÃO DOS CAMPOS GERAIS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química, do Departamento de Engenharia Química, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Orientador: Professor Doutor Thiago Gilberto do Prado

PONTA GROSSA

2018



TERMO DE APROVAÇÃO

**CARACTERIZAÇÃO MINERAL DE UM LATOSSOLO VERMELHO DISTRÓFICO
DA REGIÃO DOS CAMPOS GERAIS**

Por

Vinícius Leme de Melo

Monografia apresentada no dia 23 de Novembro de 2018 ao Curso de Engenharia Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Ponta Grossa. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Prof. Dr. Luciano Fernandes
(UTFPR)

Prof. Dr. José Carlos Alberto de Pontes
(UTFPR)

Prof. Dr. Thiago Gilberto do Prado
(UTFPR)
Orientador

Prof^a. Dr^a. Juliana de Paula Martins
Responsável pelo TCC do Curso de Engenharia Química

- O Termo de Aprovação assinado encontra-se na Coordenação do Curso de Engenharia Química.

Dedico este trabalho a meus pais, meu
irmão, minha futura esposa Letícia e
nossa filha Júlia por estarem sempre ao
meu lado.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Thiago Gilberto do Prado, pela sabedoria com que me guiou nesta trajetória.

A Secretaria do Curso, pela cooperação.

Gostaria de deixar registrado também, o meu reconhecimento à minha família, por todo o apoio e sacrifício, pois acredito que sem eles seria muito difícil vencer esse desafio.

Enfim, a todos os que por algum motivo contribuíram para a realização desta pesquisa.

RESUMO

MELO, Vinícius. **Caracterização mineral de um latossolo vermelho distrófico da região dos Campos**. 2018. 58 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Engenharia Química. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2018.

Este trabalho tem como objetivo fazer o levantamento do perfil mineral do Latossolo Vermelho Distrófico da região dos Campos Gerais do Estado do Paraná. O estudo da mineralogia do solo é de fundamental importância, pois é uma forma de se conhecer a formação de cada solo, sua origem, suas características físico químicas, sua estrutura e quais os minerais disponíveis para as plantas. Foram analisadas amostras do solo natural, retirado da mata e do solo submetido ao manejo plantio direto para uma comparação e análise do impacto do manejo na mineralogia. Para fazer a caracterização aplicou-se as técnicas analíticas de espectroscopia do infravermelho, difração de raios-X e fluorescência de raios-X. Os resultados obtidos pelas técnicas aplicadas foram muito semelhantes, tanto para o solo natural quanto para o plantio direto. Constatou-se a presença de minerais como quartzo, gibbsita, hematita, caulinita e o rutilio, estes confirmados nas três técnicas. Outros minerais como anatásio, montmorilonita, vermiculita e haloisita se apresentaram de forma duvidosa.

Palavras-chave: Caulinita. Raio-X. Plantio Direto. Latossolo. Infravermelho.

ABSTRACT

MELO, Vinícius. **Mineral characterization of a dystrophic red latosol from the Campos region**. 2018. 58 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Engenharia Química. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2018.

This work aims to survey the mineral profile of the Red Latosol Distrophic of the Campos Gerais region of the State of Paraná. The study of soil mineralogy is of fundamental importance, since it is a way of knowing the formation of each soil, its origin, its physical chemical characteristics, its structure and the minerals available to the plants. Samples of the natural soil, extracted from the forest and the soil submitted to no - tillage management, were analyzed for a comparison and analysis of the management 's impact on the mineralogy. To perform the characterization, the analytical techniques of infrared spectroscopy, X-ray diffraction and X-ray fluorescence were applied. The results obtained by the applied techniques were very similar, both for the natural soil and for the no-tillage. It was verified the presence of minerals such as quartz, gibbsite, hematite, kaolinite and rutin, which were confirmed in the three techniques. Other minerals such as anatase, montmorillonite, vermiculite and halosite presented in a dubious manner.

Keywords: Kaolinite X-ray. Planting Direct. Latosol. Infra-red..

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Perfil Latossolo Vermelho Distrófico.....	11
Figura 2	Representação da técnica espectroscopia por transformada de Fourier de absorção no infravermelho.....	25
Figura 3	Modelo atômico para o método de Análise de Fluorescência de Raios-X.	27

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Dados utilizados para DRX e FTIR para o Quartzo.....	14
Tabela 2 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Caulinita.	15
Tabela 3 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Vermiculita.....	16
Tabela 4 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Halosita.....	17
Tabela 5 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Hematita.	18
Tabela 6 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Magnetita.....	19
Tabela 7 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Magnetita (segunda parte). ...	19
Tabela 8 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Goethita.....	20
Tabela 9 - Dados utilizados para DRX e FTIR para o Rutílio.	21
Tabela 10 – Dados utilizados para DRX e FTIR para o Anatásio.....	21
Tabela 11 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Gibbsita.	22
Tabela 12 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Gibbsita (segunda parte).	22
Tabela 13 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Montmorilonita.....	23
Tabela 14 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Montmorilonita (segunda parte).	23
Tabela 15 - Dados da Fluorescência de raios-X em porcentagem para as amostras estudadas.....	47

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1	FTIR do Latossolo Natural (Lat Nat), profundidade 0-10 cm.....	33
Gráfico 2	FTIR do Latossolo Natural (Lat Nat), profundidade 10-20 cm.....	34
Gráfico 3	FTIR do Latossolo Natural (Lat Nat), profundidade 20-40 cm.....	34
Gráfico 4	FTIR do Latossolo Natural (Lat Nat), profundidade 40-60 cm.....	35
Gráfico 5	FTIR do Latossolo Natural (Lat Nat), todas as profundidades estudadas.	36
Gráfico 6	FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 0-10 cm. ..	37
Gráfico 7	FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 10-20 cm. 37	
Gráfico 8	FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 20-40 cm. 38	
Gráfico 9	FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 40-60 cm. 38	
Gráfico 10	FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD) para todas as profundidades analisadas.....	39
Gráfico 11	DRX do Latossolo natural (Lat nat), profundidade 0-10 cm.	40
Gráfico 12	DRX do Latossolo natural (Lat nat), profundidade 10-20 cm.	41
Gráfico 13	DRX do Latossolo natural (Lat nat), profundidade 20-40 cm.	41
Gráfico 14	DRX do Latossolo natural (Lat nat), profundidade 40-60 cm.	42
Gráfico 15	DRX do Latossolo natural (Lat nat), todas as profundidades analisadas.....	43
Gráfico 16	DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 0-10 cm....	44
Gráfico 17	DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 10-20 cm..	44
Gráfico 18	DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 20-40 cm..	45
Gráfico 19	DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 40-60 cm..	45
Gráfico 20	DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), para todas as profundidades analisadas.....	46

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	9
2	O SOLO E O MANEJO	11
2.1	Latossolo vermelho distrófico	11
2.2	Manejo plantio direto	12
3	OS MINERAIS	14
3.1	Quartzo	14
3.2	Caulinita	15
3.3	Vermiculita	16
3.4	Haloisita	16
3.5	Hematita	17
3.6	Magnetita	18
3.7	Goethita	19
3.8	Rutilio	20
3.9	Anatásio	21
3.10	Gibbsita	22
3.11	Montmorilonita	23
4	TÉCNICAS ANALÍTICAS	24
4.1	Espectroscopia do infravermelho com transformado de Fourier (FTIR)	24
4.2	Difração de Raios-X (DRX)	25
4.3	Fluorescência de Raios (FRX)	26
5	AS AMOSTRAS E SUAS PREPARAÇÕES	29
5.1	Localização e condições de manejo	29
5.2	Materiais utilizados	29
5.3	Preparo das amostras	30
6	METODOLOGIA	31

6.1	Espectroscopia do infravermelho.....	31
6.2	Difração de Raios-X.....	31
6.3	Fluorescência de Raios-X.....	32
7	RESULTADOS E DISCUSSÃO ESPECTROSCOPIA DO INFRAVERMELHO (FTIR).....	33
7.1	Solo natural.....	33
7.2	Solo plantio direto	36
8	RESULTADOS E DISCUSSÃO DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	40
8.1	Solo natural.....	40
8.2	Solo plantio direto	43
9	RESULTADOS E DISCUSSÃO FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (FRX).....	47
10	CONCLUSÃO	49
	REFERÊNCIAS.....	50
	ARTIGOS PUBLICADOS	55

1 INTRODUÇÃO

A agricultura está entre os ramos mais importantes para a economia brasileira. Cada vez mais é exigido um maior rendimento da produção no campo e para isso, faz-se necessário modernizar-se. Ou seja, é preciso que mais tecnologia e novas técnicas sejam desenvolvidas e aplicadas, procurando aumentar a produção reduzindo as despesas, fazendo da agricultura um negócio cada dia mais rentável (TEIXEIRA, 2005; OLIVEIRA, 2012).

Um fator importantíssimo e imprescindível, que não só melhora o rendimento fazendo com que mais safras sejam feitas durante o ano, mas que sem ele a agricultura não se sustenta, é a conservação e aproveitamento correto do solo. O solo é a base para a agricultura e se tratado de forma incorreta, tende a se esgotar e perder sua função estrutural.

Denardin, Faganello e Kochhann, em artigo publicado em periódico da Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2011, p. 10, definem o solo do ponto de vista da agricultura:

Sob o enfoque funcional agrícola, o solo constitui o ambiente natural onde se desenvolvem as plantas, atuando como elemento de suporte e de disponibilização de água e nutrientes, e determinante da produtividade do sistema produtivo em função de limitações de sua fertilidade. Sob esse enfoque, solo é um recurso natural renovável, patrimônio da coletividade, essencial à vida e à soberania da nação, independentemente de sua utilização e posse (DENARDIN, FAGANELLO, KOCHHANN, 2011, p.10).

Segundo os autores, o solo é considerado um recurso renovável, levando em consideração o tempo de existência do planeta terra. No entanto, quando observado no curto tempo de vida do ser humano é um recurso esgotável. Ou seja, o tempo de recomposição estrutural e fértil do solo é muito grande, dessa forma é preciso conserva-lo para que não acabe.

Dentro desse tema, diversos estudos são realizados e novas técnicas de manejo e conservação do solo são aplicadas. O estudo da mineralogia do solo e o levantamento de seu perfil mineralógico é de fundamental importância, pois pode-se entender e conhecer por meio dela a formação de cada solo, sua origem, suas características físico químicas e quais os minerais disponíveis para as plantas (SAMPAIO, 2006). Uma das formas de se fazer esse levantamento do perfil mineralógico do Latossolo Vermelho Distrófico é fazer uma caracterização

mineralógica, buscando identificar cada grupo de mineral presente. Para isso diversas técnicas analíticas podem ser aplicadas, dentre elas as utilizadas nesse trabalho, que serão a difração de raios-X (DRX), espectroscopia do infravermelho (FTIR) e fluorescência de raios-x (FRX).

Além de saber quais os minerais presentes no solo, a caracterização mineral possibilitará fazer uma comparação entre os minerais presentes no solo natural, retirado da região de mata, e o solo submetido ao manejo plantio direto, procurando saber se há algum impacto desse tipo de sistema na mineralogia do solo.

O objetivo deste trabalho foi fazer um levantamento do perfil mineral do Latossolo Vermelho Distrófico da região dos Campos Gerais do Estado do Paraná. Para isto, primeiramente, coletou-se amostras do solo, tanto da região da mata, solo natural, quanto do solo submetido ao manejo plantio direto. Posteriormente, aplicou-se as técnicas analíticas para identificação dos grupos minerais. Por fim, comparou-se os resultados obtidos nas técnicas analíticas com a mineralogia encontrada pelos autores das literaturas presentes no levantamento bibliográfico feito para o trabalho.

2 O SOLO E O MANEJO

2.1 Latossolo Vermelho Distrófico

O solo estudado neste trabalho é um Latossolo Vermelho Distrófico (LVd), como já mencionado anteriormente. Este solo está presente em 32,13% do território compreendido pela região dos Campos Gerais no estado do Paraná, correspondendo, aproximadamente, uma área de 377.800 ha (MACHADO SÁ, 2014).

O Latossolo Vermelho Distrófico caracteriza-se por ser um solo muito desgastado, principalmente por sofrer intemperismo químico, o que causa considerável decomposição de componentes minerais, principalmente de origem caulínica (MACHADO SÁ, 2014). A figura 1 mostra o perfil de um latossolo vermelho.

Figura 1 - Perfil Latossolo Vermelho Distrófico



Fonte: Embrapa Solos (2018).

O termo *Distrófico* refere-se ao fato do solo possuir baixa saturação por bases, inferior a 50%. Isso significa que este termo é utilizado para definir solos com características ácidas. Quando um solo possui saturação por bases superior a 50% ele é dito *Eutrófico* (EMBRABA, 2018).

Segundo a Embrapa (2013), os Latossolos são solos profundos, com boa estrutura e homogeneização, o que significa possuírem resistência a erosões e pouca diferenciação entre seu horizontes. Estes solos possuem elevada permeabilidade e por estarem localizados em áreas pouco acidentadas e com relevo suave, são muito utilizados para a agricultura. No entanto, faz-se necessário um manejo correto e o uso de corretivos agrícolas, devido a outra característica que é uma capacidade de troca catiônica (CTC) baixa, o que dificulta o desenvolvimento dos diferentes meios cultivados (M.A. ARAUJO; C.A. TORMENA; A.P. SILVA, 2004).

Especificamente sobre a mineralogia do latossolo da região dos Campos Gerais, que se aplica aos demais latossolos, segundo trabalho de D. Gonçalves (2008), na fração argila, são encontrados minerais como a caulinita, gibbsita, goethita, hematita, estes em maiores quantidades, além de vermiculita, anatásio, rutilio, magnetita e haloisita, porém em menores proporções.

Para resumir as principais características do solo estudado, Eswaram, *et al.* no livro *Soil Classification*, (2003), p. 138 escrevem:

Solo apresentando desenvolvimento pedológico fortemente intemperizado, juntamente com a gênese do solo caulínico-oxidado, resultando em intemperismo intensivo de ambos os minerais primários e secundários menos resistentes, com exceção dos vermiculitos hidroxidos intercadas. A capacidade de troca catiônica é inferior a 17 cmol / kg de argila; textura arenosa; tem menos de 4% de minerais resistentes e menos de 6% de muscovita na fração de areia. Eles não têm mais do que traços de esmectita e têm menos de 5% em volume mostrando a estrutura da rocha. Esta classe inclui principalmente aqueles solos previamente identificados como Latossolos, exceto algumas variedades identificadas como Latossolos Plinticos. Compreende 3.277.096 km correspondentes a 38,5% do país.

2.2 Manejo plantio direto

Para este trabalho, como citado anteriormente, comparou-se o solo da mata e o solo submetido ao sistema de manejo Plantio Direto (PD). Neste manejo, o plantio, como o próprio nome diz, é feito diretamente sobre a palha ou restolho da cultura anterior, ou seja, o solo não é revolido (COSTA; GOERDERT; SOUSA, 2006). O Plantio Direto é cada dia mais aceito e utilizado pelos agricultores, sendo esses pequenos, médios e grandes produtores, utilizando-o nas mais diversas culturas como a de feijão, soja, milho, trigo e cana de açúcar, por exemplo (MATTOSO; CRUZ; FILHO, 2001).

A expansão significativa desse sistema teve início a partir da metade da década de 1980, causada por fatores que favoreceram e ou forçaram este acontecimento, consolidando-se no Brasil, a partir de 1993. Segundo Junior; Araujo & Llanillo (2012), estes fatores foram a crise econômica e energética na época, a facilidade de acesso a herbicidas mais baratos para o controle de ervas daninhas e a disponibilidade de novas tecnologias que favoreciam a implantação do manejo.

Segundo Leonardo Rodrigues Barros (2017), dentre as principais vantagens desse manejo estão a diminuição do uso de insumos e maquinários e a manutenção da estrutura do solo e de seus principais nutrientes através da rotação de cultura, todas estas gerando economia e maiores produções. No entanto, pode-se citar algumas desvantagens no uso do PD, citadas por Cruz, *et al.*, p. 14, como a não aplicabilidade em todos os tipos de solos, o maior uso de herbicidas para controle de pragas, além da compactação do solo pelo tráfego de máquinas.

No que diz respeito à compactação, fator que afeta diretamente a produtividade, Tormena, Roloff e Sá (1998), avaliou em seu trabalho alguns fatores que interferem nas propriedades físicas do solo onde é aplicado o manejo Plantio Direto. De acordo com as pesquisas dos autores a principal causa dessas alterações é o tráfego sobre o solo, que causa compactação diminuindo a porosidade de aeração para índices abaixo do limite aceitável.

Existem diversos estudos e trabalhos sobre os manejos e seus impactos na qualidade dos solos, porém pouco se sabe sobre sua influência na mineralogia dos mesmos (NETO *et al.*, 2008), fazendo-se necessários maiores pesquisas para adquirir tais conhecimentos.

3 OS MINERAIS

3.1 Quartzo

O Quartzo, nome dado ao dióxido de silício (SiO_4), é um mineral da família dos silicatos. Pode ser encontrado em abundância na crosta terrestre, com diversos tipos de cores e formas de cristal (MINDAT.ORG, 2018). Sua estrutura muito compactada, o faz muito resistente a ações intempéricas.

Em sua composição química, segundo site Mineralogy Database, sua forma cristalina possui cerca de 46,74% de silício (Si) e 53,23% de oxigênio (O).

A tabela 1 a seguir mostra os dados do Quartzo que foram utilizados como base para as análises de DRX e FTIR.

Tabela 1 - Dados utilizados para DRX e FTIR para o Quartzo

Picos Característicos de DRX (Radiação de $\text{CuK } \alpha$: 1,54178 Å)		
2θ	d (Å)	I (%)
26,65	3,342	99,9
20,85	4,257	20,8
50,14	1,818	11,0
Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm^{-1})	Observações	
1200	Muito fraco, ombro definido	950 a 1200 (cm^{-1})
1172-1170	Ombro definido	Vibração de estiramento devido a ligação Si-O-Si
1150	Ombro definido	
1090-1076	Muito forte, largo	
915	Muito fraco	
805-796	Médio	Dubleto
785-775	Médio	Diferente dos outros minerais de sílica, região larga
697-692	Fraco definido	Distingue dos outros minerais de sílica
668	Muito fraco	
522-503	Médio, ombro definido	Distingue dos outros minerais de sílica
479		400 a 500 (cm^{-1}) vibração de torção devido a ligação O-Si-O
462-450	Médio	Dubleto duvidoso
390-360		
257		

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.2 Caulinita

Luz, *et al.* 2005, no livro Rochas e Minerais Industriais: Usos e Especificações, descreve sobre a caulinita como mineral de origem da rocha chamada de Caulim, cuja fórmula pode ser expressa como $Al_4(Si_4O_{10})(OH)_8$. É um filossilicato que possui composição química teórica de 39,50% de Al_2O_3 , 46,54% de SiO_2 e 13,96% de H_2O , mas pode ocorrer, também, com pequenas variações nessa composição.

A Caulinita caracteriza-se por ocorrer em solos localizados em regiões de clima tropical. A sua presença na fração argila destes solos, quando predominante, os torna de baixa fertilidade, devido à sua baixa capacidade de troca catiônica (CUNHA; TOREM; D'ABREU, 2007).

Na tabela 2, estão mostrados os dados sobre a caulinita utilizados como base para as técnicas de DRX e FTIR.

Tabela 2 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Caulinita.

Picos Característicos de DRX (Radiação de $CuK\ \alpha$: 1,54178 Å)		
2 θ	d (Å)	I (%)
12,33	7,170	100
62,26	1,490	61,53
24,85	3,580	51,82
Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm ⁻¹)	Observações	
3696	Forte, definido	
3670-3656	Médio, ombro definido	
3645	Fraco	
3630-3624	Forte, definido	
1117-1105	Forte definido	
1035-1030	Forte	
1019-1005	Forte	
940-935	Médio, ombro definido	
918-909	Forte	
800-784	Fraco	
760-748	Fraco	
700-686	Médio	
605	Fraco, ombro definido	
542-535	Forte	
475-468	Forte	
435-428	Médio, ombro definido	
347	Fraco	
202	Fraco, ombro definido	
190	Fraco	

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.3 Vermiculita

Segundo Ugarte, Sampaio, França, 2005, a Vermiculita, cuja fórmula teórica é $(\text{Mg, Fe})_3 [(\text{Si, Al})_4 \text{O}_{10}] [\text{OH}]_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ é um silicato hidratado de magnésio, alumínio e ferro. O nome vermiculita, do Latim *Vermiculus*, vem do comportamento desse mineral quando submetido a aquecimento se expande e se movimenta como um verme.

Em sua composição teórica, segundo o site Mineralogy Database, 2018, a vermiculita conta com aproximadamente 8,7% de Mg, 23% Al, 10% Fe, 5,6% Si, 2% H e 50,7% de O.

Na tabela 3, estão mostrados os dados sobre a Vermiculita utilizados como base para as técnicas de DRX FTIR.

Tabela 3 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Vermiculita.

Picos Característicos de DRX (Radiação de CuK α : 1,54178 Å)		
2θ	d (Å)	I (%)
6,16	14,334	100
37,55	2,393	17,03
31,17	2,867	9,78
Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm^{-1})	Observações	
3522-3500	Médio largo	
3390	Fraco, largo	
1640-1618	Fraco	
1380	Muito forte, largo	
1017-1000	Fraco, muito largo	
660	Forte, muito largo	
455		

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.4 Haloisita

No que diz respeito ao mineral Haloisita, Coelho, Santos, & Santos, 2007, em artigo publicado na revista Química Nova definem como um argilomineral do mesmo grupo da Caulinita, possuindo a mesma forma molecular.

Segundo o mesmo trabalho, a Nova Zelândia é o país com maior produção e exportação no mundo, seguindo por outros como Coreia do Sul, Estados Unidos, Marrocos, Filipinas, Japão e França, sendo que nesses dois últimos tem grande importância na produção de porcelana. Houve uma época, entre os anos 1970 e 1980, que a haloisita era usada como catalisadores no craqueamento de petróleo.

Esse argilomineral, é composto, teoricamente, por 20,9% Al, 21,8% Si, 1,6% de H e 55,7% de O (MINERALOGY DATABASE, 2018).

Na tabela 4, estão mostrados os dados sobre a Haloisita utilizados como base para as técnicas de DRX FTIR.

Tabela 4 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Haloisita..

Picos Característicos de DRX (Radiação de CuK α : 1,54178 Å)		
2 θ	d (Å)	I (%)
12,124	7,3	65
20,089	4,42	100
24,59	3,62	60
Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm ⁻¹)	Observações	
3702-3696	Ombro definido	Região larga
3629-3624	Forte definido	
3414	Forte, muito largo	
3250		Duvidoso
1650-1640	Forte	
1112-1093	Ombro definido	Região larga
1040-1035	Muito forte	
1020-1005	Ombro definido	
918-910	Forte, ombro definido	
830	Largo, ombro definido	
797-790	Médio, ombro definido	Região larga
758-750	Médio, ombro definido	
723	Ombro definido	
695-690	Médio, ombro largo	
660	Médio, largo	
550-545	Forte, muito largo	
474-450	Forte	
436	Médio	

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.5 Hematita

A hematita, óxido de ferro mais importante cuja fórmula é Fe₂O₃, é um mineral abundante, que pode ser encontrado em praticamente todas as regiões da terra. Possui significativa relevância econômica pois pode ser utilizado como matéria prima para diversos produtos, como por exemplo para produção de pigmentos (KING, GEOLOGY, 2018; KLEIN, 2012).

Segundo Henriques, Agrisano & Oliveira, 2013, o nome Hematita faz-se referência do grego: *hemos* = sangue, devido à sua coloração vermelha do traço

mineral. Essa coloração é uma das características do solo estudado nesse trabalho, pela presença desse mineral.

Em sua composição teórica, a hematita pura, é composta por cerca de 70% de ferro e 30% de oxigênio, mas sabe-se que na natureza dificilmente é encontrada dessa forma (KING, GEOLOGY, 2018). Nas reserva brasileiras, geralmente ocorre com altas quantidades de sílica, o que diminui a pureza e faz-se necessário um processo de beneficiamento (HENRIQUES, AGRISANO, OLIVEIRA, 2013).

Na tabela 5, estão mostrados os dados sobre a Hematita utilizados como base para as técnicas de DRX FTIR.

Tabela 5 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Hematita.

Picos Característicos de DRX (Radiação de CuK α : 1,54178 Å)		
2 θ	d (Å)	I (%)
33,15	2,70	100
35,64	2,52	73,67
54,05	1,70	45,13
Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm ⁻¹)	Observações	
1175	Ombro definido	Região larga
1160	Ombro definido	
1150	Forte, largo	
560-550	Muito forte, largo	
532	Ombro definido	
474-467	Forte, largo	
370	Ombro definido	
350	Inflexão	
310	Forte, largo	

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.6 Magnetita

A magnetita, mineral de fórmula Fe_3O_4 , tem por característica principal o magnetismo. Teoricamente, sua composição é de 72% de Fe e 28% de O, porém, sua fórmula principal pode sofrer algumas alterações como a substituição do Fe^{3+} por outros íons como os dos elementos magnésio (Mg) e o manganês (Mn) (KLEIN, 2001; SANTANA, RAMOS, FABRIS, 2007).

A nomeação de magnetita tem origem, segundo Henriques, 2012, do nome da região da Grécia, a Magnésia, que significa região das pedras mágicas. Isto porque era onde se encontrava o mineral que, para os antigos, se atraíam como um truque de mágica.

Nas tabelas 6 e 7, estão mostrados os dados sobre a Magnetita utilizados como base para as técnicas de DRX FTIR.

Tabela 6 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Magnetita.

Picos Característicos de DRX (Radiação de CuK α : 1,54178 Å)		
2 θ	d (Å)	I (%)
35,44	2,53	100
62,55	1,48	85
56,964	1,61	85

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018); GONÇALVES (2008).

Tabela 7 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Magnetita (segunda parte).

Bandas de vibrações IV características	
Nº de onda (cm ⁻¹)	Observações
575-500	Forte, largo
410-380	Forte, muito largo

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.7 Goethita

Goethita, dentre os demais óxidos de ferro citados anteriormente, é o que tem mais facilidade de ser encontrado nos solos tropicais intemperizados. É um minério de ferro utilizado e explorado em praticamente todas as partes do mundo. Possui uma cor clara amarelada, que quando em abundância no solo, dá ao solo essa cor característica (KLEIN, 2001).

Sobre suas propriedades físicas, sabe-se que a goethita possui uma clivagem geralmente perfeita. É composta por aproximadamente 63% de Fe, 27% de O e até 10% de H₂O, mas também pode ocorrer com porcentagem pequena de Mn (KLEIN, 2001; MINERALOGY DATABASE, 2008).

Na tabela 8, estão mostrados os dados sobre a Goethita utilizados como base para as técnicas de DRX FTIR.

Tabela 8 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Goethita.

Picos Característicos de DRX (Radiação de CuK α : 1,54178 Å)		
2 θ	d (Å)	I (%)
21,29	4,17	100
36,75	2,45	77,55
33,31	2,69	46,86
Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm ⁻¹)	Observações	
3095-2985	Médio, muito largo	Região larga
1660		
1105	Médio largo	
1040	Largo, ombro definido	
912-882	Forte	Dubleto duvidoso
812-793	Forte	Dubleto duvidoso
672	Médio, ombro definido	Região muito larga
599-578	Forte, largo	
470-450	Forte	
410	Ombro definido	

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.8 Rutílio

O Rutílio é um óxido de titânio muito escasso de fórmula TiO_2 , seu nome vem do latim *rutilus*, que significa vermelho, isso devido a sua coloração marrom avermelhada escura característica. Em sua composição a proporção de titânio e oxigênio é de aproximadamente 60% e 40%, respectivamente (KLEIN, 2001; MINERALOGY DATABASE, 2018; MAIA, 2001).

Segundo o livro Manual de Ciência dos Minerais de Klein, 2001, o Rutílio ocorre principalmente em rochas graníticas, gnaisses, alguns tipos de calcários e também pode ser encontrado junto com quartzo como mineral acessório na rocha. No mundo, seu maior produtor é a Austrália, mas também pode ser encontrado em algumas regiões do Brasil, França, Noruega e Suíça.

Na tabela 9, estão mostrados os dados sobre a Rutílio utilizados como base para as técnicas de DRX FTIR.

Tabela 9 - Dados utilizados para DRX e FTIR para o Rutílio.

Picos Característicos de DRX (Radiação de CuK α : 1,54178 Å)		
2 θ	d (Å)	I (%)
27,46	3,25	100
54,37	1,69	55,31
36,11	2,49	45,49
Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm ⁻¹)	Observações	
695	Forte, largo	Centro em 625-608 (forte, largo)
525	Forte, muito largo	
423-415	Forte	
390	Ombro definido	
320	Ombro definido	

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.9 Anatásio

O Anatásio é outro óxido de titânio de fórmula molecular TiO₂. Este tem origem a partir do Rutílio e da brookita. O que os diferencia é o tipo dos cristais que são formados. O anatásio passou a ser mais estudado e conhecido quando foi descoberto em importantes áreas do território brasileiro (MAIA, 2001).

Sua composição teórica pode ser considerada a mesma do Rutílio, sendo de 60% Ti e 40% O (MINERALOGY DATABASE, 2018).

Na tabela 10, estão mostrados os dados sobre a Anatásio utilizados como base para as técnicas de DRX FTIR.

Tabela 10 – Dados utilizados para DRX e FTIR para o Anatásio.

Picos Característicos de DRX (Radiação de CuK α : 1,54178 Å)		
2 θ	d (Å)	I (%)
25,33	3,52	100
48,09	1,89	28,07
37,82	2,38	20,24
Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm ⁻¹)	Observações	
525-460	Muito forte	Centralizado muito largo
347	Médio	

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.10 Gibbsita

A Gibbsita é um hidróxido de alumínio cuja fórmula é $\text{Al}(\text{OH})_3$. Dificilmente encontrada em sua forma de mineral puro, ocorre principalmente como mineral bauxita, muito abundante na natureza em regiões tropicais. No Brasil, os Estados do Pará, Amazonas e alguns estados do Centro-oeste são os maiores produtores (PORTAL MINERAÇÃO, 2017; ROCHA, 2013). Sua Composição pura se apresenta com aproximadamente 35% de Alumínio, 4% de Hidrogênio e 61% de Oxigênio, podendo variar na natureza (MINERALOGY DATABASE, 2018). Nas tabelas 11 e 12, estão mostrados os dados sobre a Gibbsita utilizados como base para as técnicas de DRX e FTIR.

Tabela 11 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Gibbsita.

Picos Característicos de DRX (Radiação de $\text{CuK } \alpha$: 1,54178 Å)		
2 θ	d (Å)	I (%)
18,28	4,85	100
20,30	4,40	35,12
37,64	2,40	19,43

Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm^{-1})	Observações	
3685	3360 a 3685 – região de estiramento	
3617	Fraco, definido	
3520	Muito forte	
3445-3428	Muito forte	
3390-3360	Forte, ombro definido	
1630-00	Fraco	
1030-1018	Muito forte	
980-958	Médio, ombro definido	
	910 a 1630 – região de torção	

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

Tabela 12 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Gibbsita (segunda parte).

Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm^{-1})	Observações	
920-910	Fraco, ombro definido	
800	Forte, largo	
749-740	Forte, largo	
670-660	Forte, ombro definido	
585	Médio, ombro definido	
562-540	Talvez um Dubleto	
515	Muito forte	
476		
455-450	Médio, definido	
425-420	Fraco	
410	Fraco	
370	Dubleto	
	Região larga	

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

3.11 Montmorilonita

A Montmorilonita é um mineral filossilicato, que representa o grupo das esmectitas. Sua fórmula molecular é $(\text{Mg}, \text{Ca})\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3\text{Si}_5\text{O}_{10} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ e a composição teórica é Na = 0,84%, Ca = 0,73%, Al = 9,83%, Si = 20,46 %, H = 4,04%, O = 64,11% (MINERALOGY DATABASE, 2018).

Tem origem da alteração de rochas ígneas efusivas, metamórficas e sedimentares em ambientes com drenagem ruim e tem considerável presença em solos de regiões temperadas, de clima quente.

Nas tabelas 13 e 14, estão mostrados os dados sobre a Montmorilonita utilizados como base para as técnicas de DRX e FTIR.

Tabela 13 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Montmorilonita..

Picos Característicos de DRX (Radiação de CuK α : 1,54178 Å)		
2 θ	d (Å)	I (%)
5,89	15,00	100
17,74	5,00	2,93
19,77	4,49	2,29
Bandas de vibrações IV características		
Nº de onda (cm ⁻¹)	Observações	
3644-3620	Muito forte	
3428-3390	Muito forte	
1640-1635	Médio	
1130-1090	Ombro definido	
1040-1015	Muito forte, largo	
920-909	Médio, ombro definido	
885-880	Muito fraco	
850-835	Fraco	
800-795	Fraco	
630-625	Médio, largo, ombro definido	

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

Tabela 14 - Dados utilizados para DRX e FTIR para a Montmorilonita (segunda parte).

Bandas de vibrações IV características	
Nº de onda (cm ⁻¹)	Observações
540	Médio ombro definido
470	Muito forte
430	Ombro definido
278	Muito fraco
194	Muito fraco

Fonte – MINERALOGY DATABASE (2018).

4 TÉCNICAS ANALÍTICAS

4.1 Espectroscopia do infravermelho com transformado de Fourier (FTIR).

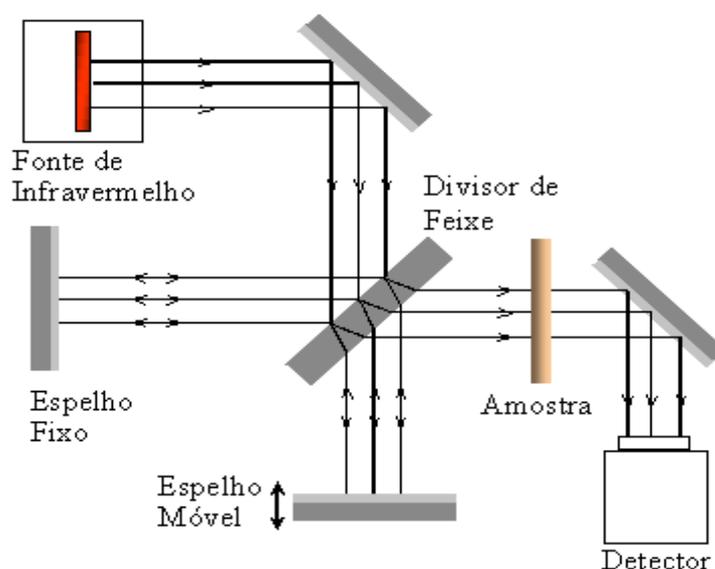
A espectroscopia do infravermelho é considerada uma das mais importantes técnicas analíticas disponíveis. Isso deve-se ao fato de sua grande abrangência de aplicações e por estar presente na maioria dos laboratórios de análises. Pode ser aplicada na identificação de grupos funcionais específicos, moléculas pequenas e até sistemas celulares (FORATO, *et al*, 2010; ALVES, 2018).

A espectroscopia estuda a vibração que ocorre nos átomos e moléculas, quando estes são submetidos a algum tipo específico de radiação. Neste caso a radiação é na faixa do infravermelho (de 4000 a 400 cm^{-1}). Esta técnica pode ser aplicada somente em moléculas que possuam momento de dipolo elétrico¹ não nulo, pois caso contrário, a vibração não ocorre e a identificação não se faz possível. Cada composto químico possui um espectro vibracional na região do infravermelho que é característico, ou seja, funciona como uma identidade de cada composto, o que facilita sua identificação (LEITE, 2008; LUZ, 2003).

Essa técnica aplicada com a transformada de Fourier é a forma mais utilizada atualmente. Isso é explicado por algumas vantagens significativas como a alta sensibilidade e resolução, além do curto tempo de execução. No entanto, a principal desvantagem é a complexidade dos instrumentos (LEITE, 2008). A Figura 2 seguir mostra um esquema de como funciona a espectroscopia do infravermelho por transformada de Fourier.

¹ *Momento Dipolo elétrico trata-se de uma forma de medir a polaridade em sistemas que possuam cargas elétricas. De forma geral, é definido como uma soma vetorial dos produtos da carga pela posição vetorial de cada carga.

Figura 2 - Representação da técnica espectroscopia por transformada de Fourier de absorção no infravermelho.



Fonte: UNESP

Segundo Osvaldo Luiz Alves, a espectroscopia do infravermelho com transformada de Fourier consiste na obtenção de um interferograma, com a utilização interferômetro do tipo Michelson, equipamento principal para a aplicação da FTIR. Os espectros que identificam os compostos são gerados pela realização dos cálculos da transformada de Fourier do interferograma obtido.

O interferograma é formado, resumidamente, pelo somatório das ondas que atingem o interferômetro. Essas ondas possuem diferentes frequências e amplitudes e quando estão em fases, ou seja, os caminhos ópticos são idênticos, dão origem aos picos do interferograma (LUZ, 2008; ALVES, 2018).

4.2. Difração de Raios-X (DRX)

O raio-X é um tipo de radiação eletromagnética e foi descoberta no final do século XIX pelo físico alemão Wilhem C. Rontgen (PANCHBHAI, 2015). Essa radiação, que possui um comprimento de onda que varia de 10 a 10^{-3} nm, tem origem das transições eletrônicas que ocorrem no interior dos átomos e pode ocorrer de duas formas, ou por interações nucleares ou por freamento. A primeira acontece quando um núcleo atômico instável captura ou expulsa elétrons das camadas mais internas, gerando assim, orbitais vazios. A diferença de energia desses orbitais é emitida na forma de raios-X. Já o fenômeno da emissão através de freamento ocorre quando

átomos são acelerados e em seguida sofrem um choque, que faz com que a energia cinética seja reduzida drasticamente e ocorra uma mudança de direção, com isso, a diferença de energia causada por esse fenômeno é emitida na forma de raios-X (LIMA, AFONSO, PIMENTEL, 2009; HALLIDAY, 2012).

O fenômeno da Difração de raios-X foi estudada e explicada por W. L. Bragg, que fez seus estudos a nível atômico, mas posteriormente pode-se constatar, observando os trabalhos de Laue em 1912, que poderia ser aplicada em planos cristalinos, pois é neles que ocorre a difração da radiação incidida. A equação (1) a seguir é conhecida como a Lei de Bragg, que determina como a radiação de raio-X deve incidir no plano cristalino para que haja uma interferência construtiva das ondas espalhadas, para que sejam formados os feixes difratados (BLEICHER, SASAKI, 2000).

$$\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta \quad (1)$$

Na equação da Lei de Bragg, λ é o comprimento de onda, d é a distância entre os planos da rede cristalina e θ é o ângulo de incidência dos raios. Quando a Lei de Bragg é obedecida ocorre os chamados picos de intensidade, os quais são observados nos diagramas de difração de raios-X (BLEICHER, SASAKI, 2000; QUEIROZ, KUROSAWA, BARRETO, 2013).

Para a identificação mineral através da difração de raios-X é incidido no cristal a radiação e os raios sofrem a difração quando são espalhados pelo choque com os elétrons. Dessa forma, os raios difratados quando atendem os princípios da lei de Bragg são representados em gráficos chamados de difratogramas. Esses gráficos são formados pelas variáveis intensidade dos picos difratados e pelo ângulo 2θ . A identificação dos minerais propriamente dita se dá pela análise dos difratogramas, partindo do princípio de que cada mineral possui seu padrão de difração que é comparado com dados obtidos de estruturas conhecidas (CHAVES, 2017).

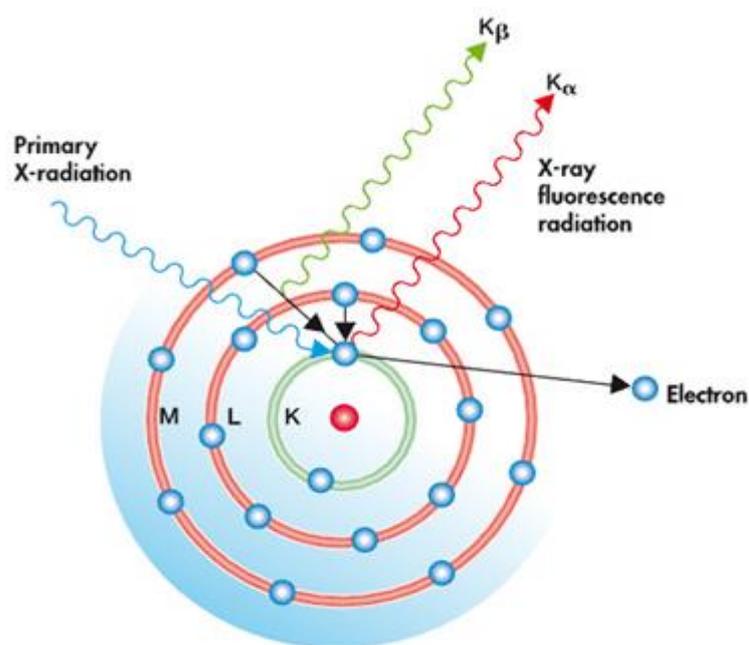
4.3 Fluorescência de Raios (FRX)

A Fluorescência de raios-X é, também, uma técnica comum para a identificação, não só de minerais, mas como de materiais em geral. Ela permite conhecer os elementos presentes nas amostras e, em muitos casos, quantificar a concentração dos mesmos (FERRETI, 2008; OLIVEIRA, 2011). Sua aplicação é

restrita a elementos que possuem número atômico maior que 10, mais pesados, isso se deve ao fato de que elementos mais leves são pouco sensíveis à técnica por possuírem baixo valor de energia emitida, dificultando sua identificação (SANTOS, *et al*, 2013).

Essa técnica funciona de maneira semelhante à Difração de raios-X explicada anteriormente, o que difere é que na FRX não se identifica o elemento pela difração dos raios incididos na amostra. Nessa técnica o elemento recebe uma alta carga de energia, que pode ser oriunda de uma fonte de raios-X ou raios gama. A energia é absorvida pelos átomos fazendo com que um elétron de uma camada menos energética salte para uma camada mais energética, como pode ser observado na figura 3, a seguir.

Figura 3 - Modelo atômico para o método de Análise de Fluorescência de Raios-X.



Fonte: site Fischer.

Esse fenômeno causa um desequilíbrio e para que seja reestabelecido o estado fundamental, um elétron de uma camada com mais energia salta para a camada anterior, liberando um fóton no processo. Esse fóton é o que causa o fenômeno da fluorescência (OLIVEIRA, 2011; FILHO, 1999).

Cada elemento necessita de uma certa quantidade de energia para que os elétrons saltem para a camada mais energética e retornem liberando energia na forma

de fótons. Além disso, os fótons são liberados com regiões espectrais de energias características. Sendo assim, é por meio das regiões espectrais que se identifica os elementos presentes nas amostras e pela intensidade absorvida faz-se a quantificação deles (FILHO, 1999).

5 AS AMOSTRAS E SUAS PREPARAÇÕES

5.1 Localização e condições de manejo

O solo estudado está localizado em Ponta Grossa, na região dos Campos Gerais no Estado do Paraná (Coordenadas: S 25°0'28,26", W50°15'09,31"). O local escolhido foi a Estação Experimental do Instituto Agrônomo do Paraná (IAPAR).

A metodologia utilizada para a coleta das amostras do solo foi a padrão determinada pela Embrapa Solos. Primeiramente foi feita a divisão da região em Glebas, tanto da área da mata, quanto da submetida ao manejo plantio direto. Foram feitas trincheiras, das quais foram retiradas amostras de diferentes profundidades: 0,00 a 0,10 m; 0,10 a 0,20 m; 0,20 a 0,40 m e de 0,40 a 0,60 m. Para uma melhor representatividade, esse procedimento foi realizado em diferentes locais das áreas e as porções obtidas foram misturadas e homogeneizadas (GONÇALVES, 2008).

5.2 Materiais utilizados

Os materiais e equipamentos utilizados para o preparo das amostras e aplicação das técnicas foram:

- Estufa para secagem, temperatura 40° C;
- Peneiras 16 mesh (1 mm) e 270 mesh (53 mm);
- Balança analítica;
- Dessecador;
- Pastilhador;
- Prensa;
- Almofariz e pistilo;
- Brometo de Potássio;
- Equipamento de espectroscopia do IV, modelo 8400 – FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROPHOTOMETER SHIMADZU;
- Difrátômetro modelo RIGAKU ROTA FLEX (12 kW);
- Mufla;
- Fluido comercial de tetraborato de lítio;
- Espectrômetro de comprimento de onda dispersiva Philips PW2400 XRF.

5.3 Preparo das amostras

Para o preparo inicial, as amostras são levadas à estufa para secagem a uma temperatura de 40° C por 48 horas. Em seguida, são submetidas a moagem manual para que sejam eliminados os torrões existentes. Para homogeneizar a granulometria, as amostras são passadas por peneira de malha de 2 mm. Por fim, as amostras são armazenadas em ependorfes e deixadas em estufa a 40° C para que permaneçam secas até serem levadas para o preparo específico de cada técnica (EMBRAPA, 2018; OLIVEIRA, 2017).

6 METODOLOGIA

As três técnicas utilizadas para a caracterização do Latossolo Vermelho Distrófico deste trabalho, foram realizadas no Laboratório de Física Aplicada a Solos e Ciências Ambientais (FASCA), do departamento de Física da UEPG e LABMU/UEPG.

6.1 Espectroscopia do infravermelho

O equipamento utilizado para a espectroscopia do IV, foi modelo 8400 – FOURIER TRANSFORM INFRARED SPECTROPHOTOMETER SHIMADZU. Primeiro foi feita a pesagem de 100 mg de KBr para cada amostra e em seguida pesou-se 1 mg das mesmas. Esse material pesado foi para estufa de secagem à 50° C por 24 horas. Após esse tempo, o material foi levado para que fosse feita a confecção das pastilhas.

Para o pastilhamento, primeiro as amostras são maceradas junto com o KBr, até que fiquem bem homogêneas. Em seguida são levadas para o pastilhador e para a prensa, em que é aplicada uma força de aproximadamente 6 toneladas, por 30 segundos, formando assim as pastilhas. As amostras pastilhadas foram levadas até o equipamento de FTIR para que fossem feitas as análises. O espectrofotômetro de IV trabalhou no modo absorbância, com resolução e extensão de 4 cm⁻¹ e 4000 a 400 cm⁻¹ respectivamente e 16 varreduras. Para cada análise feita, o equipamento registrou, em seu software, um espectrograma e o armazenou. Os dados obtidos foram convertidos em espectros para que fosse feita a caracterização dos minerais por meio de suas bandas de vibrações características.

6.2 Difração de Raios-X

O equipamento utilizado foi o difratômetro modelo RIGAKU ROTA FLEX (12 kW), composto por tubo com ânodo rotatório, goniômetro RINT 2000 Wide Angle Goniometer.

As amostras foram peneiradas e maceradas para uma melhor homogeneização e pulverização. Em seguida foram levadas ao difratômetro no modo varredura contínua na extensão que varia de $\theta - 2\theta$: 5° a 70°; 2,0°/min. As condições

de operação são: radiação $\text{CuK}\alpha$; 50 kV; 100 mA; com fendas de divergência e espalhamento, ambas de 1° e recepção de 0,30 mm.

No aparelho de difração de raios-X, a radiação é incidida nas amostras e sofre difração quando atinge os cristais dos minerais presentes. Com o procedimento é gerado um difratograma com os picos de difração com determinadas intensidades. A caracterização do mineral foi feita com os picos de difração obtidos no difratograma aplicando a Lei de Bragg para encontrar padrões de difração que determinam que mineral estavam contidos na amostra.

6.3 Fluorescência de Raios-X

O aparelho utilizado um espectrômetro de comprimento de onda dispersiva Philips PW2400 XRF. Os raios-X são gerados por um ânodo de Ródio (Rh) que é usado como alvo no tubo. A detecção é feita por um detector de argônio-metano que faz a contagem, um de cintilação NaI e outro de lacre de Xe. A detecção também pode ser feita com uma combinação desses detectores (GONÇALVES, 2008; CÂNDIDO, 2017).

Primeiramente, pesou-se cerca de 15,00 g de cada amostra. Em seguida, as amostras foram peneiradas e levadas à estufa para secagem. Depois de secas, pesaram-se 5 g de cada amostra pulverizada que foram colocadas no porta amostra do aparelho, uma por vez. A análise foi feita de maneira semiquantitativa, e cada amostra gerou um espectro de FRX depois de um intervalo de tempo de 100 a 200 segundos no aparelho em ambiente com vácuo controlado. O vácuo se faz necessário para que não haja interferência dentro da câmara e os espectros gerados saiam em boa resolução (PRANDEL,2015).

7 RESULTADOS E DISCUSSÃO ESPECTROSCOPIA DO INFRAVERMELHO (FTIR)

Com a aplicação da técnica FTIR, foram obtidos os gráficos para cada amostra do Latossolo estudado. Por meio da análise dos dados dos gráficos, foi possível identificar os minerais presentes de forma qualitativa.

7.1 Solo natural

Os gráficos a seguir são da aplicação da espectroscopia do infravermelho com transformada de Fourier para o solo retirado da mata.

Gráfico 1 - FTIR do Latossolo Natural (Lat Nat), profundidade 0-10 cm.

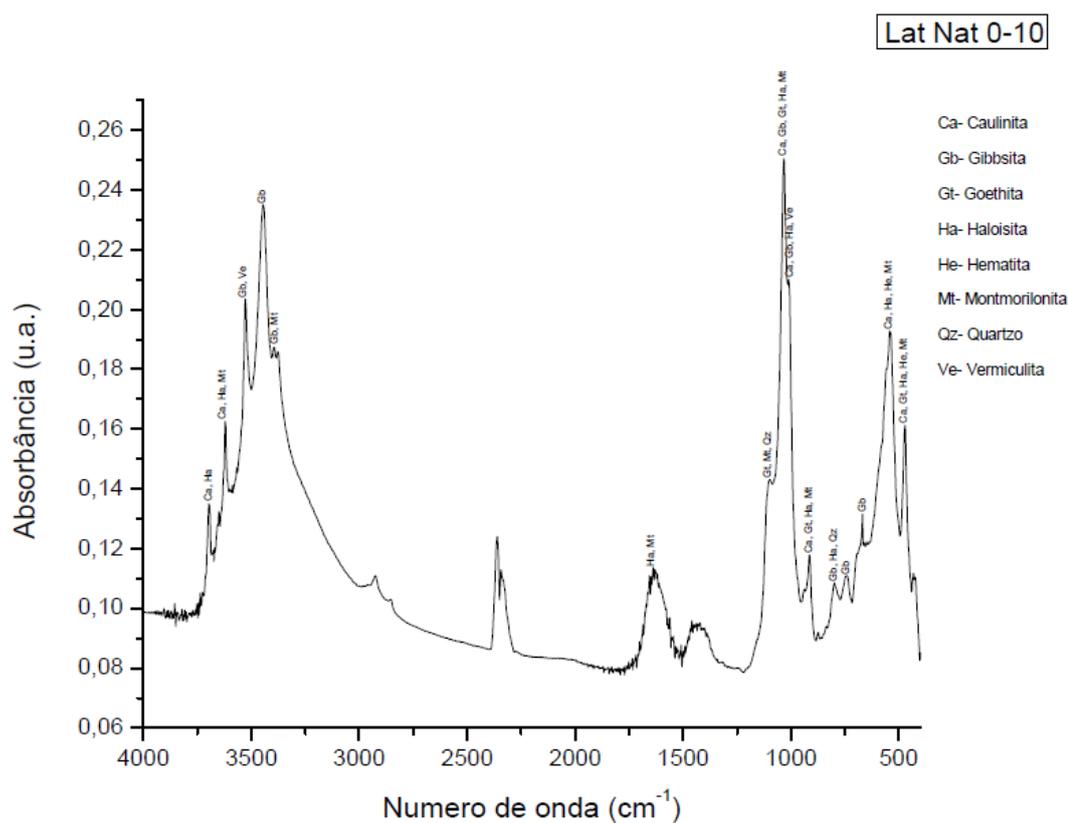


Gráfico 2 - FTIR do Latossolo Natural (Lat Nat), profundidade 10-20 cm.

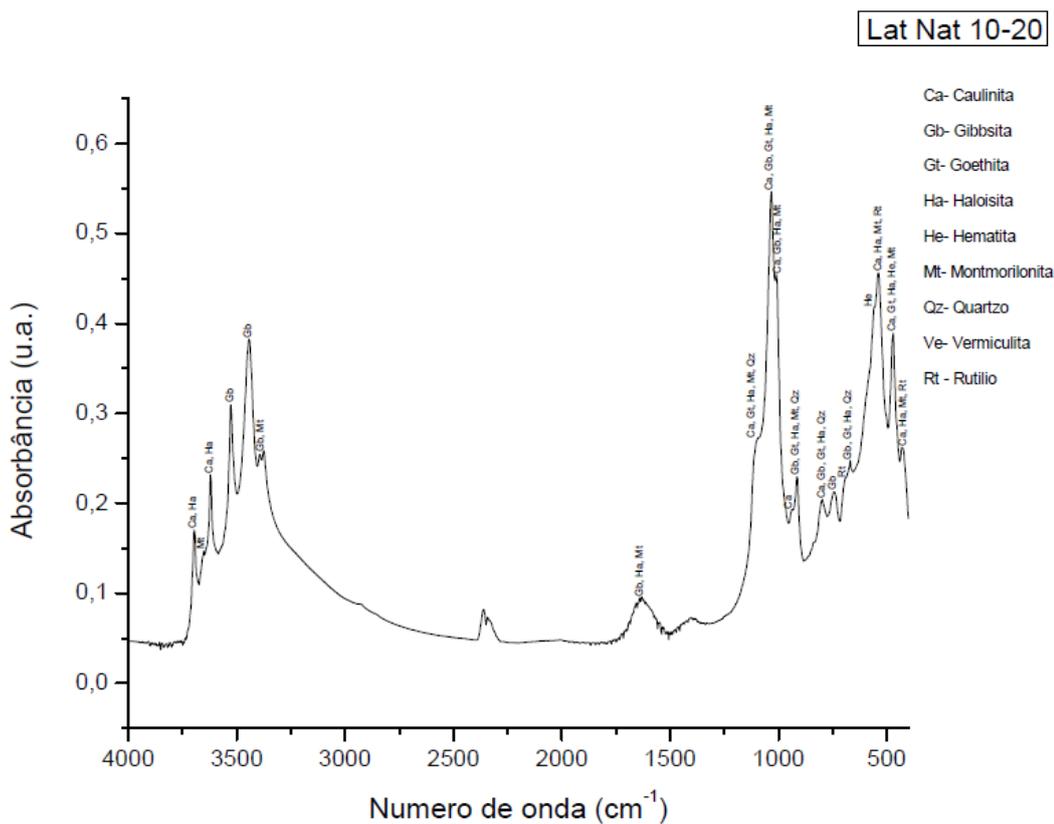


Gráfico 3 - FTIR do Latossolo Natural (Lat Nat), profundidade 20-40 cm.

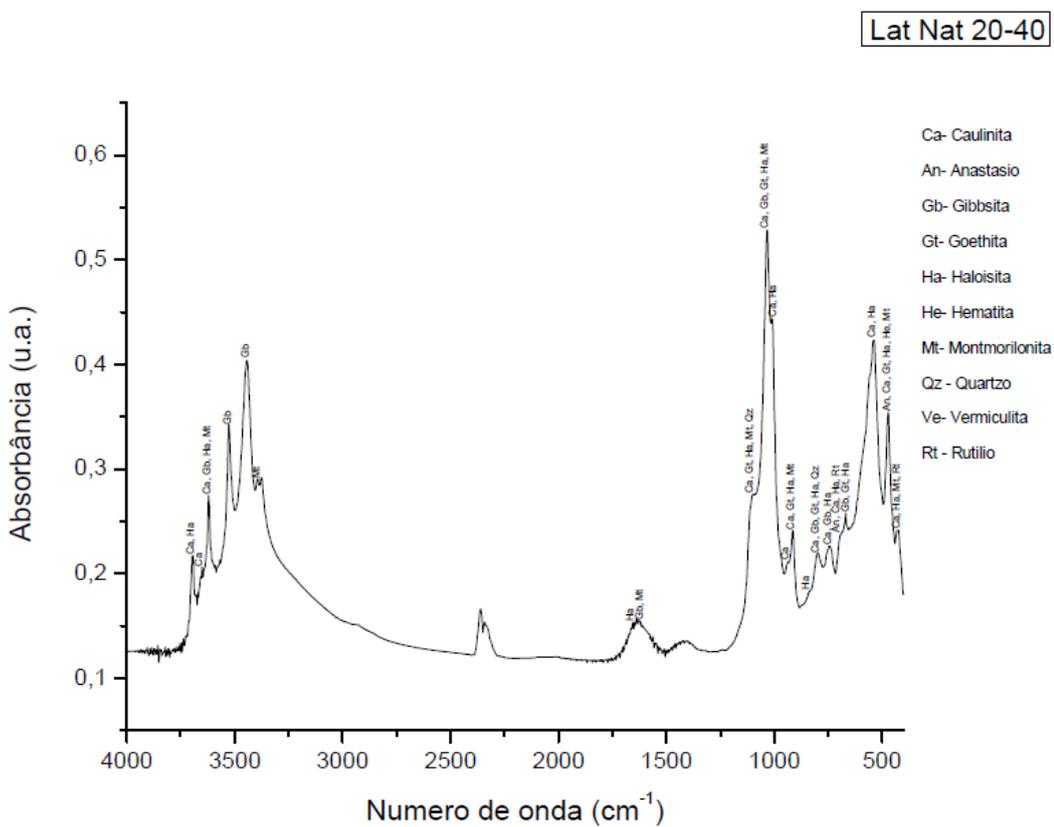
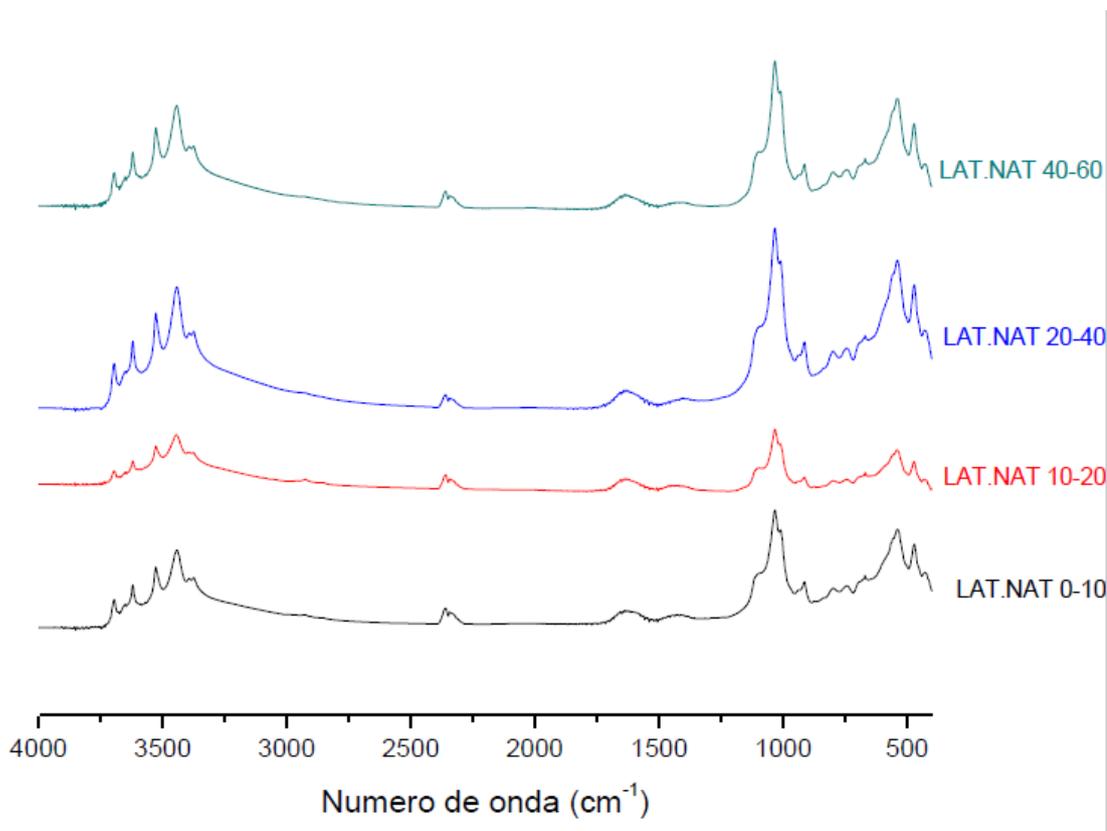


Gráfico 5 - FTIR do Latossolo Natural (Lat Nat), todas as profundidades estudadas.



Nesse gráfico observa-se a semelhança entre os resultados da FTIR para todas as profundidades do solo natural, o que pode-se constatar são algumas diferenças nas intensidades das bandas, mas nada que possa causar algum efeito no resultado final da análise pois a análise é apenas qualitativa. Observando-se os gráficos, entre o número de onda 2500 e 2250, existe um pico que não pertence a nenhum mineral, mas sim a interferência de gás carbônico na amostra. Isso acontece por interferência direta de quem está realizando o experimento e manuseando o equipamento. O simples fato de respirar próximo a amostra causa a interferência de gás carbônico e a solução para eliminar esse problema é a utilização de algum gás inerte dentro do equipamento, no entanto, isso encarece muito a técnica.

7.2 Solo plantio direto

Para o solo submetido ao manejo plantio direto, os resultados da aplicação da FTIR são mostrados nos gráficos 6 a 10:.

Gráfico 6 - FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 0-10 cm.

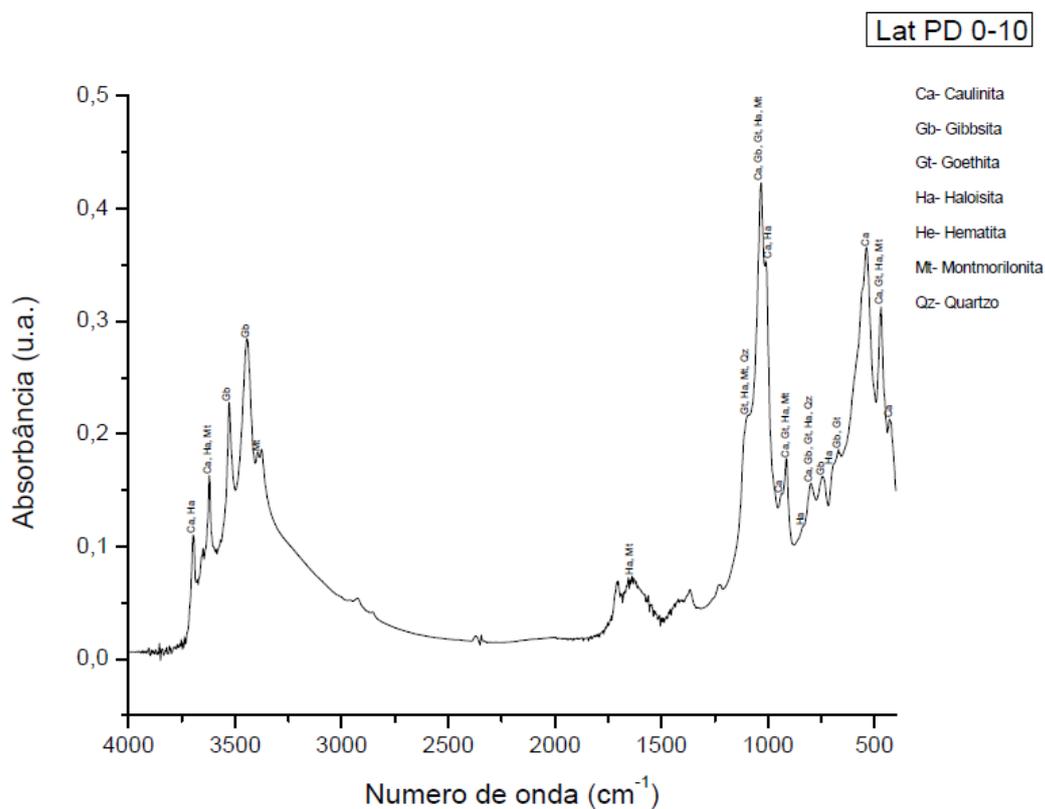


Gráfico 7 - FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 10-20 cm.

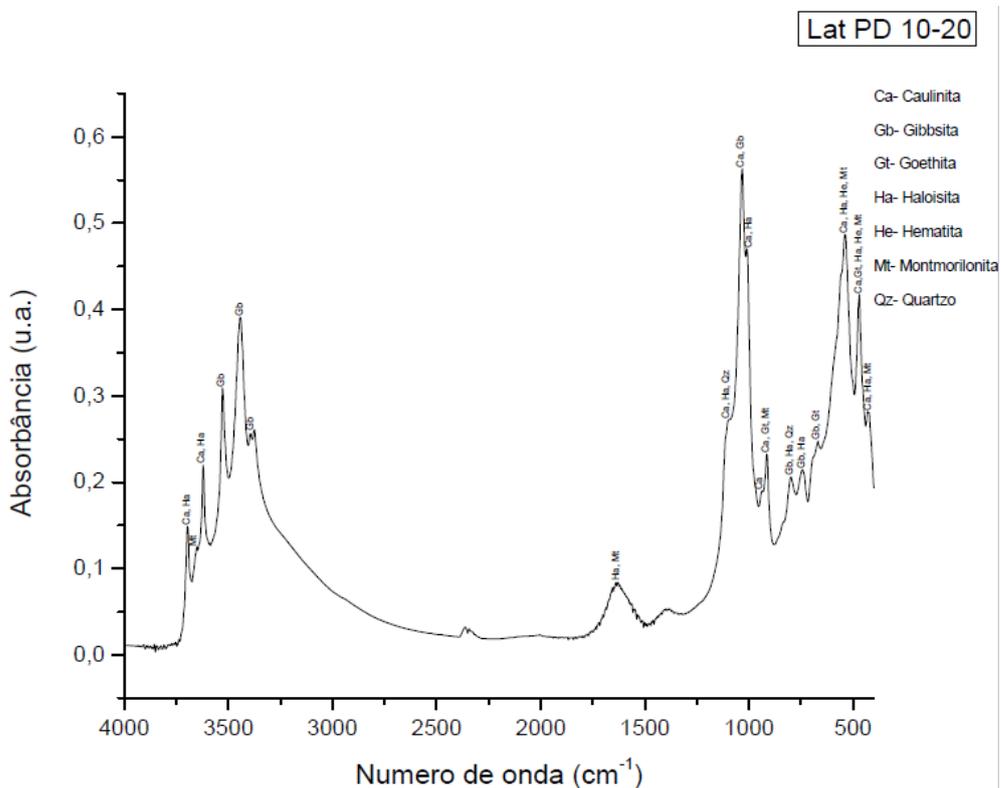


Gráfico 8 - FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 20-40 cm.

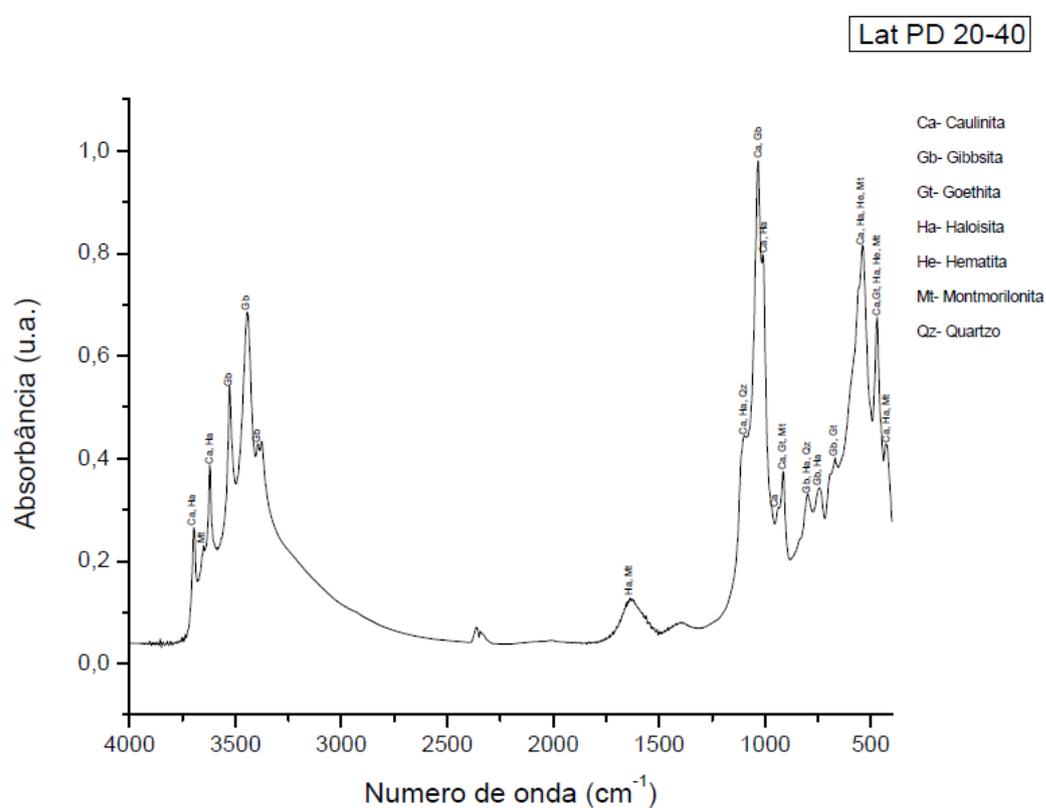


Gráfico 9 - FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 40-60 cm.

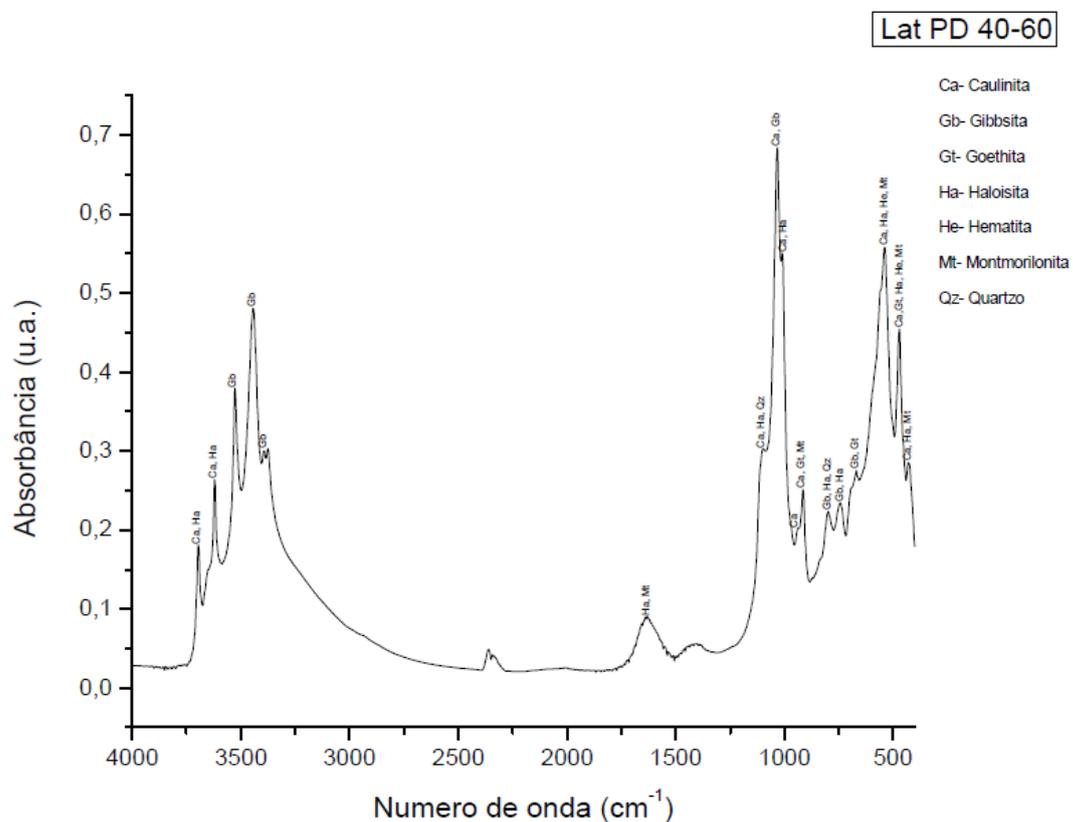
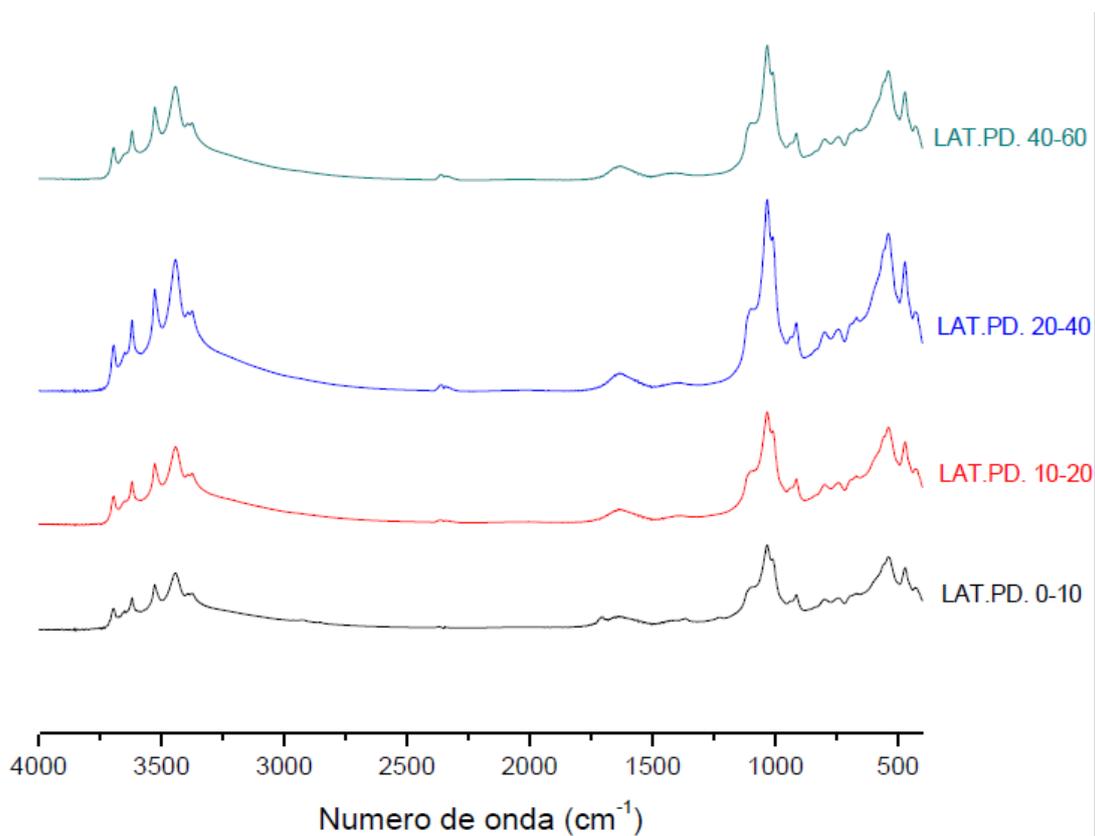


Gráfico 10 - FTIR do Latossolo plantio direto (Lat PD) para todas as profundidades analisadas.



Assim como o solo natural não foi observada diferença significativa entre os gráficos da FTIR para as profundidades estudadas, isso pode ser constatado pela figura 11 a seguir.

Para o solo PD, encontrou-se os mesmos minerais presentes nas amostras do solo natural, ocorrendo somente diferença na intensidade, no entanto, isso não altera os resultados, pois trata-se de uma análise qualitativa.

O manejo não apresentou influência na mineralogia do solo com a aplicação da FTIR, apresentando o mesmo perfil do solo retirado da mata.

8 RESULTADOS E DISCUSSÃO DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Com a aplicação da técnica de difração de raios-X foram obtidos os picos característicos de alguns minerais presentes no Latossolo natural (Lat nat) e no submetido ao manejo plantio direto (Lat PD), para todas as profundidades analisadas. Os difratogramas foram analisados por comparação com o database disponível no site MINERALOGY DATABASE, 2018.

8.1 Solo natural

Os gráficos a seguir, de 11 à 14, foram obtidos pela aplicação da difração de raios-X nas amostras do solo natural, retirado da mata, nas profundidades 0,00m a 0,10m; 0,10m a 0,20m; 0,20m a 0,40m e 0,40m a 0,60m do solo retirado da mata.

Gráfico 11 - DRX do Latossolo natural (Lat nat), profundidade 0-10 cm.

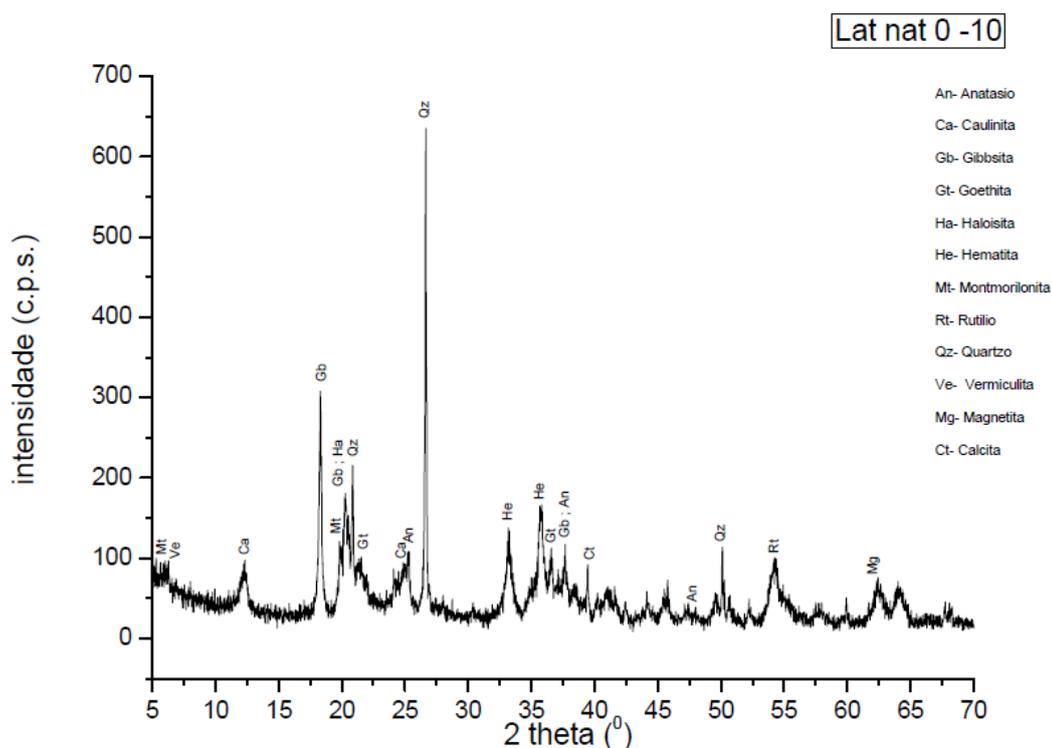


Gráfico 12 - DRX do Latossolo natural (Lat nat), profundidade 10-20 cm.

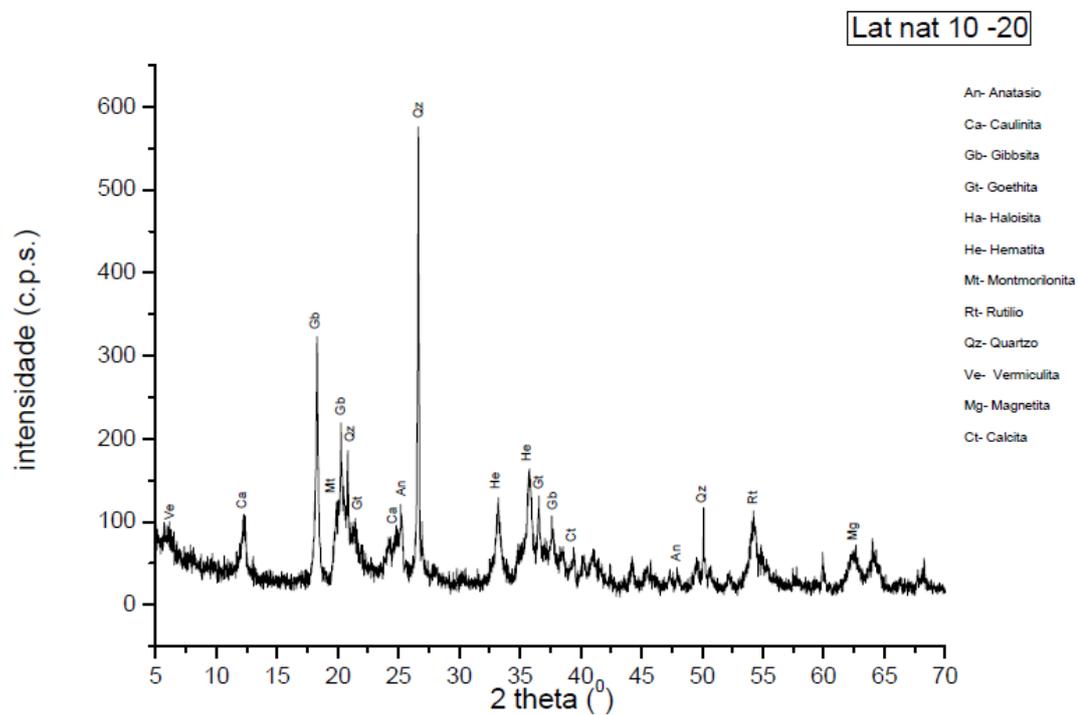


Gráfico 13 - DRX do Latossolo natural (Lat nat), profundidade 20-40 cm.

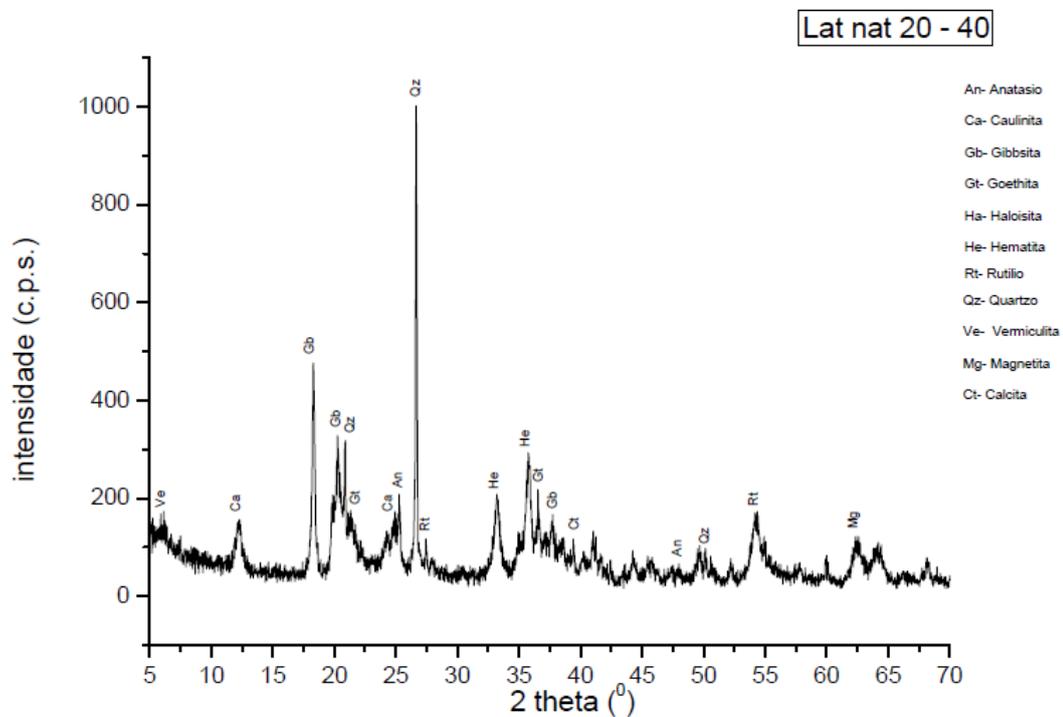
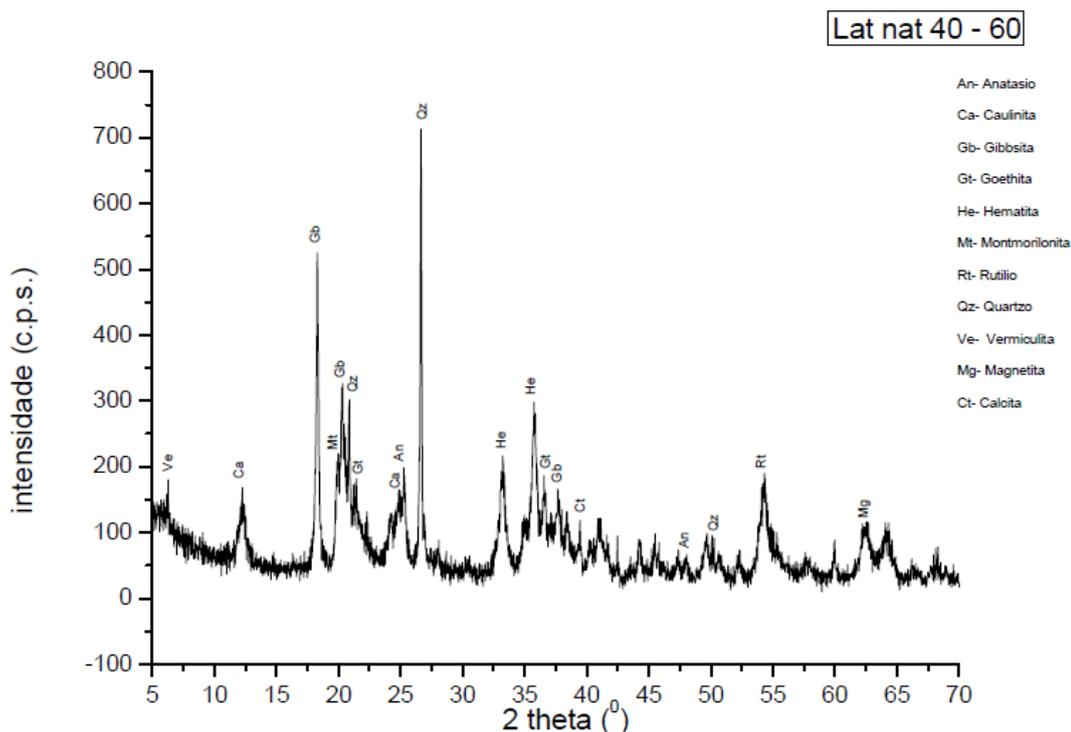


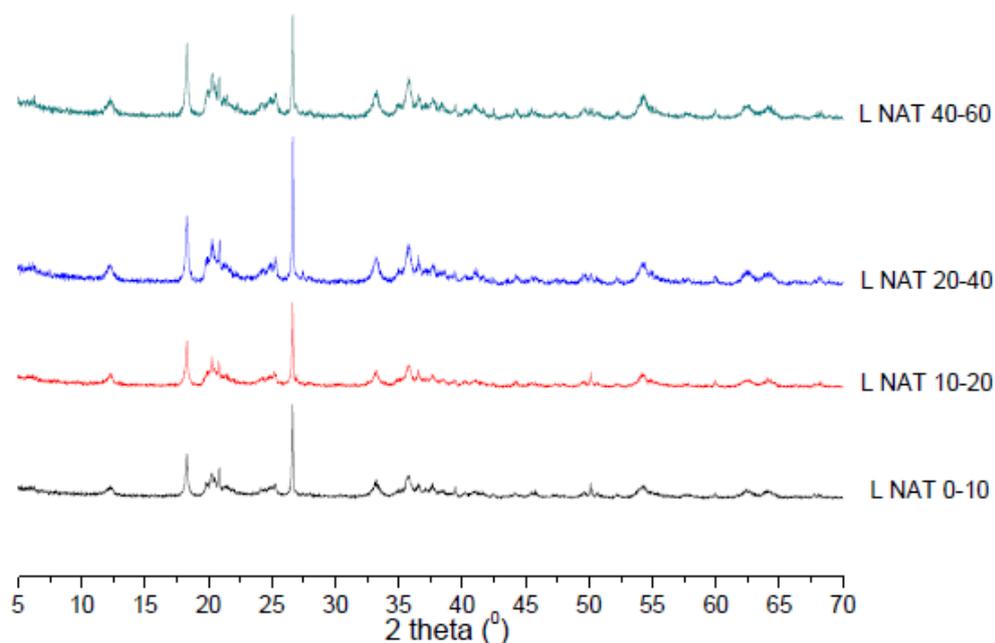
Gráfico 14 - DRX do Latossolo natural (Lat nat), profundidade 40-60 cm.



Os resultados obtidos pela caracterização por meio da difração de raios-X mostram picos característicos de alguns minerais presentes no Latossolo Natural como pode-se observar nos difratogramas das profundidades estudadas. Os gráficos se mostram muito semelhantes e minerais como Quartzo, Gibbsita, Hematita, Caulinita e Rutilio foram constatados qualitativamente em todas as amostras, sendo que os picos de maiores intensidades desses minerais se mostraram presentes. Os demais minerais observados nos gráficos - como Anatasio, Goethita, Halóisita, Vermiculita, Magnetita e Calcita - são ditos como duvidosos, pois não foram encontrados os picos de maiores intensidades para verificação por meio da database, por este motivo não se pode comprovar a presença destes. Para que um mineral seja confirmado na amostra os três picos de maior intensidade, ou pelo menos os dois mais intensos, precisam estar claramente visíveis e identificados no difratograma. Caso isso não ocorra esse mineral é dito ausente, quando não se encontra nenhum pico, ou duvidoso, quando se encontra apenas os dois menos intensos.

A semelhança entre os difratogramas das profundidades estudadas pode ser observada no gráfico 15 a seguir.

Gráfico 15 - DRX do Latossolo natural (Lat nat), todas as profundidades analisadas.



Os quatro difratogramas do solo natural apresentam pouca diferença na intensidade dos picos. No entanto, a intensidade para a técnica de difração de raios-X não significa que determinado mineral está presente em maior quantidade em uma amostra ou em outra, isso porque a DRX trata-se de uma técnica qualitativa e não quantitativa para que a mesma possa ser vista como quantitativa métodos de refinamento devem ser utilizados como o método Rietveld de refinamento.

8.2 Solo plantio direto

Para as amostras do solo submetido ao manejo plantio direto os difratogramas obtidos pela técnica de difração de raios-X são mostrados nos gráficos 16 à 19 de todas as profundidades estudadas.

Gráfico 16 - DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 0-10 cm.

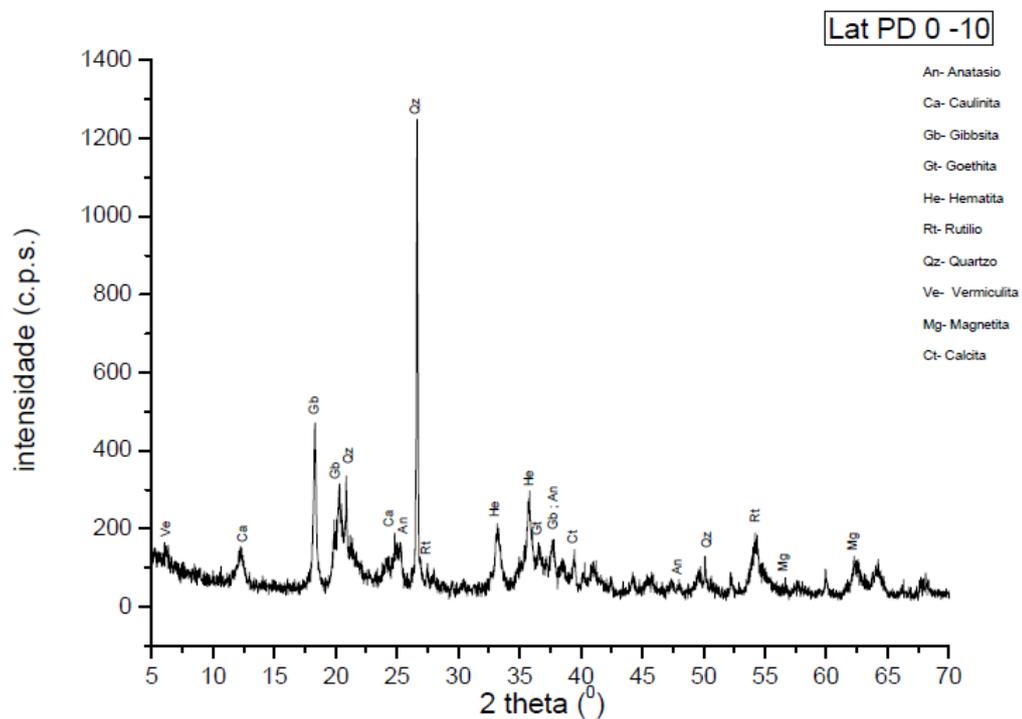


Gráfico 17 - DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 10-20 cm.

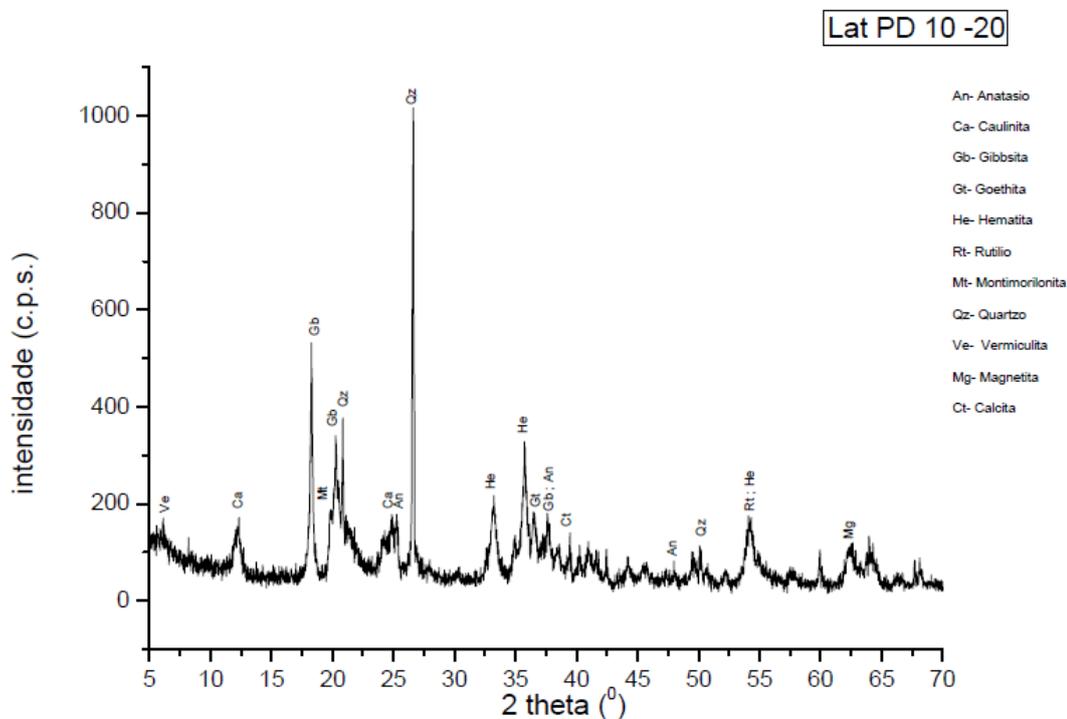


Gráfico 18 - DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 20-40 cm.

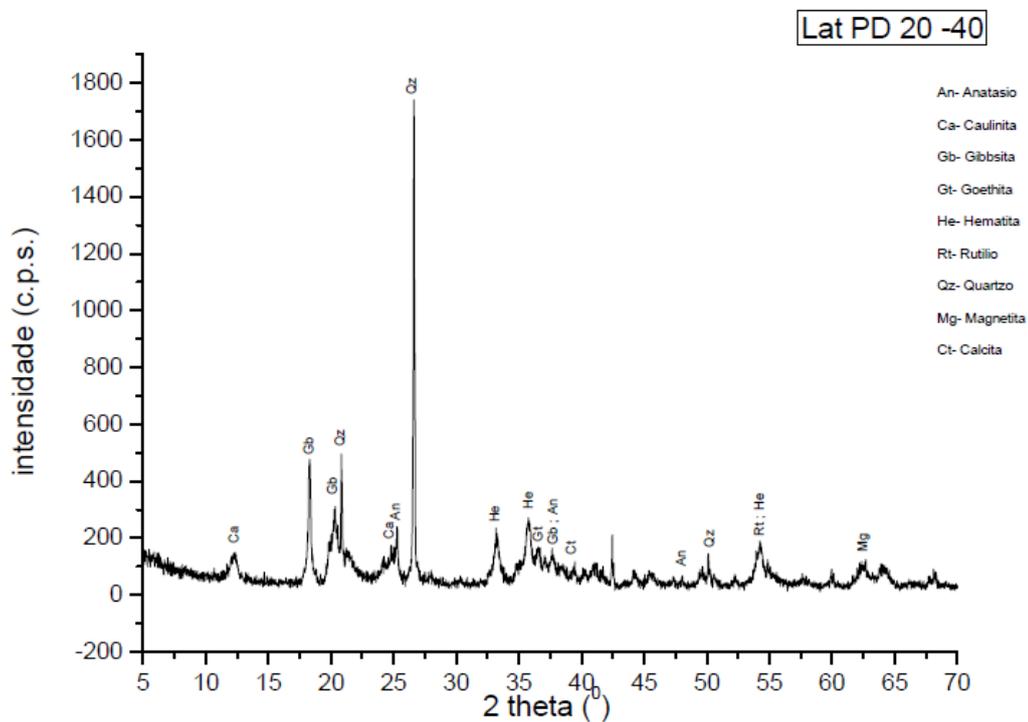
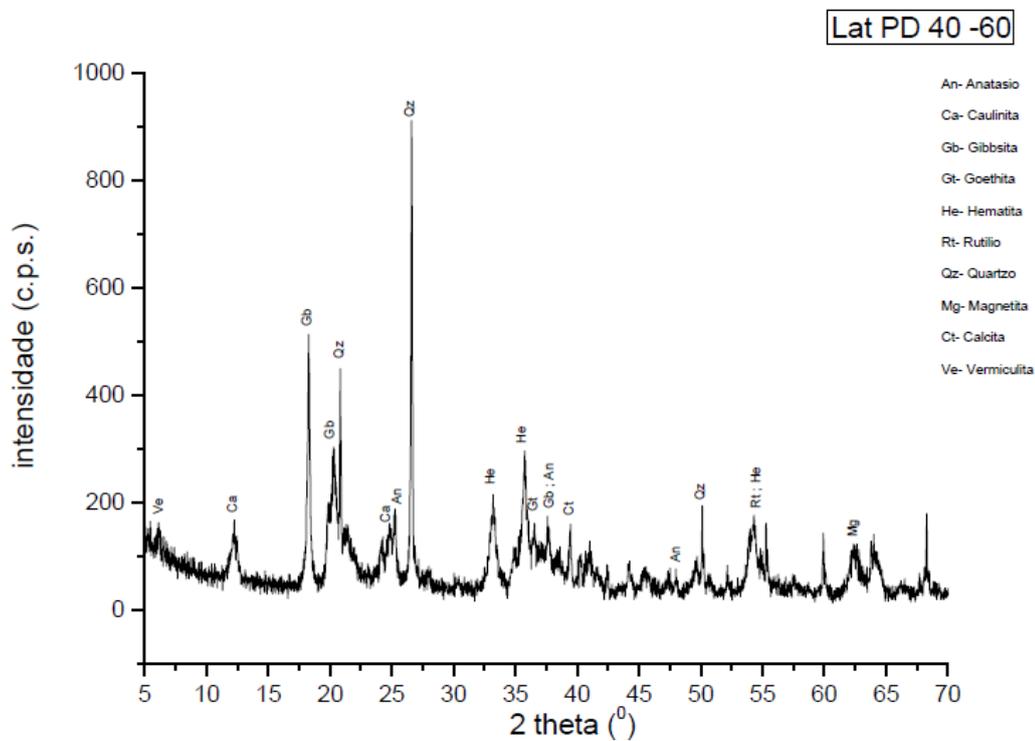


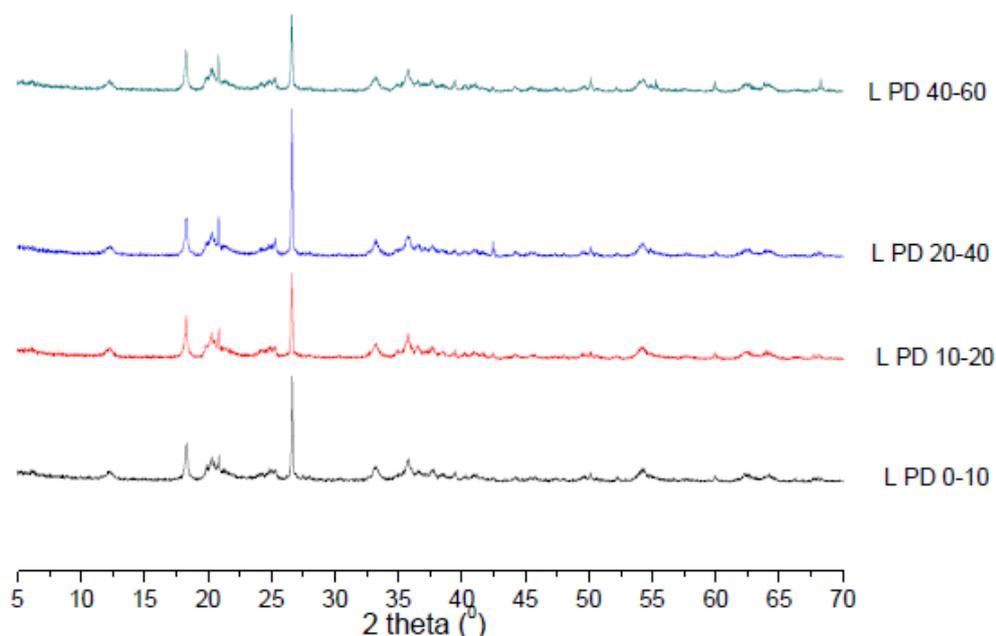
Gráfico 19 - DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), profundidade 40-60 cm.



Os gráficos obtidos do solo submetido ao manejo plantio direto, em todas as profundidades estudadas, foram muito semelhantes aos do solo natural, ou seja, não foi constatado nenhuma alteração nos difratogramas causada pelo manejo aplicado.

Assim como no solo natural foi possível indicar, qualitativamente, a presença dos minerais Quartzo, Gibbsita, Hematita, Caulinita e Rutilio por seus picos de maiores intensidades. A semelhança dos difratogramas da diferentes profundidades pode ser observada no gráfico 20, a seguir.

Gráfico 20 - DRX do Latossolo plantio direto (Lat PD), para todas as profundidades analisadas.



Da mesma maneira os 4 difratogramas do solo com manejo plantio direto apresentam os mesmos picos em todas as profundidades. Além disso, como dito anteriormente e constatado no gráfico acima, os mesmos minerais presentes no solo natural também estão presentes no solo com o manejo plantio direto.

9 RESULTADOS E DISCUSSÃO FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (FRX)

A aplicação da técnica de fluorescência de raios-X gerou os resultados de forma semi quantitativa. Por meio dela, pode-se fazer a confirmação de minerais caracterizados com as técnicas de espectroscopia do infravermelho e difração de raios-X. Os Resultados da FRX, tanto para o solo natural, quanto para o solo submetido ao manejo plantio direto estão mostrados na tabela 12 a seguir.

Dados da Fluorescência de raios-X em porcentagem para as amostras estudadas.

Óxido\prof	Latossolo Natural				Latossolo Plantio Direto			
	0 a 10	10 a 20	20 a 40	40 a 60	0 a 10	10 a 20	20 a 40	40 a 60
Al	40,72	41,70	42,18	43,53	39,90	41,88	42,18	42,06
Fe	32,59	33,08	32,17	31,46	32,81	32,63	32,28	32,26
Si	20,03	18,65	19,62	19,63	19,19	18,74	18,99	18,54
Ti	3,15	3,04	3,47	3,47	3,13	3,11	2,96	2,89
Ba	1,42	1,39	0,00	0,00	1,59	1,22	1,51	1,52
S	1,05	1,14	1,29	0,72	1,28	1,01	0,90	1,21
K	0,28	0,27	0,30	0,32	0,27	0,24	0,24	0,23
P	0,20	0,26	0,39	0,00	0,44	0,20	0,36	0,39
Zr	0,09	0,14	0,12	0,12	0,11	0,13	0,12	0,14
Mn	0,13	0,10	0,12	0,11	0,15	0,10	0,09	0,12
Cr	0,07	0,07	0,05	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
Ca	0,16	0,07	0,08	0,06	0,73	0,43	0,17	0,24
Cu	0,05	0,05	0,05	0,05	0,15	0,17	0,11	0,12
Zn	0,02	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03	0,02	0,02
Br	0,02	0,01	0,00	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00
Nb	0,00	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,01
Bi	0,03	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
V	0,00	0,00	0,13	0,01	0,00	0,00	0,00	0,21
Ga	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00
Sr	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00
Ac	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00
Ir	0,00	0,00	0,00	0,00	0,04	0,03	0,00	0,00
Y	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00
Os	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01

Fonte: Autoria Própria.

A tabela com os dados da FRX está expressa em porcentagem do óxido em cada amostra. Pode-se observar que os óxidos de alumínio, ferro e silício são os de maiores valores em todas as profundidades. As porcentagens encontradas mostram que em todas as camadas os minerais estão distribuídos de forma praticamente homogênea. O alumínio aparece com cerca de 42% em todas as profundidades, o ferro mostra-se com cerca de 32% e o silício com aproximadamente 19%, tanto no solo natural, como no submetido ao manejo plantio direto.

Esse resultado confirma a presença de minerais compostos por esses óxidos como quartzo, gibbsita, hematita, caulinita e o rutílio, todos estes encontrados com a aplicação FTIR ou da DRX ou em ambas.

Os demais minerais aparecem com valores percentuais muito pequenos, não ultrapassando os 3,5% do titânio.

10 CONCLUSÃO

De forma Geral, com os resultados obtidos da aplicação das três técnicas, pode-se fazer o levantamento do perfil mineral do Latossolo Vermelho Distrófico da região do Campos Gerais do Estado do Paraná.

Do ponto de vista da eficiência as três técnicas escolhidas foram excelentes para o trabalho proposto, tanto pela facilidade de aplicação quanto na interpretação dos resultados para o levantamento do perfil mineral do latossolo.

Os seguintes minerais foram confirmados nas três técnicas: Quartzo, Gibbsita, Hematita Caulinita e Rutílio. Além destes os minerais Montmorilonita, Vermiculita, Anatásio e a Halosita puderam ser constatados de forma duvidosa.

Na espectroscopia do infravermelho, a confirmação ocorre quando são encontrado maiores quantidades de bandas de vibrações do mineral e quando essas bandas se mostram bem definidas e intensas. Já na difração de raio-X, pôde-se confirmar a presença de um mineral quando constata-se que os três picos de maiores intensidades estão nítidos no difratograma. A fluorescência de raios-X, por ser considerada uma técnica semi quantitativa, a confirmação se dá pela presença ou não dos átomos que compõe os minerais.

Com relação a comparação entre o manejo plantio direto e o solo natural, com os resultados obtidos não foi possível identificar diferenças entre a mineralogia das amostras estudadas. Sendo assim concluímos que o manejo não causou impacto importante na mineralogia do solo. Os mesmos minerais confirmados no solo natural, também se apresentaram no manejo plantio direto em todas as profundidades estudadas. Os resultados da FTIR, do solo natural e plantio direto, mostrados nos gráficos 5 e 10 respectivamente, mostraram a semelhança entre as profundidades estudadas. O mesmo aconteceu para a DRX nos gráficos 15 e 20, com todas as profundidades muito semelhantes.

Por fim, conclui-se que o trabalho teve resultados satisfatórios, tanto para o levantamento do perfil mineral do Latossolo vermelho distrófico, identificando os minerais presentes, quanto para a comparação do solo natural com o submetido ao manejo plantio direto, a qual não teve diferença importante.

REFERÊNCIAS

- ALVES, O. L. **Espectroscopia Infravermelho com Transformada de Fourier: Feliz Combinação de Velhos Conhecimentos de Óptica, Matemática e Informática.** Laboratório de Química de Estado Sólido – Unicamp. Disponível em: <http://lqes.iqm.unicamp.br/canal_cientifico/vivencia_lqes/vivencia_lqes_meprotec.html>. Acesso em: 06 de maio, 2018.
- ARAÚJO, M. A.; PADILHA, A. P.; TORMENA, C. A.; **Propriedades físicas de um latossolo vermelho distrófico cultivado e sob mata nativa.** Revista Brasileira de Ciência dos Solo, 28, p. 337-345, 2004.
- ARRUDA, W. O. WILHELM CONRAD RÖNTGEN: **100 Anos Da Descoberta Do Raios X.** Arquivo Neuropsiquiatr. Curitiba, Abr. 1996.
- BARROS, L. R. **Escarificação E Gessagem Na Descompactação Do Solo Sob Sistema Plantio Direto.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Goiás. 2017.
- BLEICHER, L.; SASAKI, J. M. **Introdução À Difração De Raios-X Em Cristais.** Universidade Federal do Ceará. Set. 2000.
- CANDIDO, M. M. **Estudo da erosão dentária provocada pelo consumo de Coca-Cola® utilizando espectroscopia Raman e de Fluorescência de Raios-X.** Dissertação de mestrado. Universidade Nova de Lisboa. Set. 2017.
- CHAVES, A. **Difração de Raios-X.** Centro de Pesquisas Professor Manoel Teixeira da Costa, Universidade Federal de Minas Gerais, CPMTC. Disponível em: <<http://www.cpmtc-igc-ufmg.org/laboratorios2.htm>>. Acesso em: 09 de Maio de 2018.
- COSTA, E. A.; GOEDERT, W. J.; SOUSA, D. M. G. **Qualidade de solo submetido a sistemas de cultivo com preparo convencional e plantio direto.** Pesq. Agropecuária Brasileira, v.41, n.7, p. 1185-1191. Brasília, jul. 2006.
- CUNHA, F. O.; D'ABREU, J. C.; TOREM, M. L. **A influência do pH na reologia de polpas de caulim.** Rev. Esc. Minas, vol.60 no.3 Ouro Preto Jul/Set. 2007.
- DENARDIN, J. E.; KOCHHANN, R. A.; FAGANELLO, A. **Dia Nacional Da Conservação Do Solo: A Agricultura Desenvolvida No Brasil É Conservacionista Ou Não?.** Boletim Informativo da Sociedade Brasileira de Ciência dos Solos. 2011. Disponível em: <<https://www.alice.cnptia.embrapa.br/handle/doc/903745>>. Acesso em 29, mar. 2018.

EMBRAPA, Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 3. ed. rev. ampl. Brasília, DF: Embrapa 2013.

_____. Agência embrapa de informação e tecnologia. **Latossolos vermelhos**.

Disponível em:

<http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/solos_tropicais/arvore/CONT000fzyjaywi02wx5ok0q43a0r9rz3uhk.html>. Acesso em: 04 abr. 2018.

_____. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 2º ed, Brasília: Embrapa: Centro Nacional de Pesquisas de Solos, Embrapa Produção de Informação; Rio de Janeiro: Embrapa Solos. 2006, 306p.

ESWARAN, H. *et al.* **Soil classification**: a global desk reference. U.S., 2003.

Espectroscopia de Absorção no Infravermelho (IRS). Disponível em:

<<http://www2.sorocaba.unesp.br/gpm/ftir.htm>>. Acesso em 28 de setembro de 2018.

FERRETI, M. **Princípios E Aplicações De Espectroscopia De Fluorescência De Raios X (FRX) Com Instrumentação Portátil Para Estudo De Bens Culturais**.

Revista CPC. N°7, p. 74-98. São Paulo, Nov. 2008/Abr. 2009.

FILHO, V. F. N. **Técnicas Analíticas Nucleares De Fluorescência De Raios X Por Dispersão De Energia (Ed-Xrf) E Por Reflexão Total (Txrf)**. Departamento de Ciências Exatas, ESALQ. Jul. 1999.

Fluorescência de raios X, disponível em: <[http://www.helmut-](http://www.helmut-fischer.com.br/pt/brasil/conhecimento/metodos/teste-material/fluorescencia2-raios-x/)

[fischer.com.br/pt/brasil/conhecimento/metodos/teste-material/fluorescencia2-raios-x/](http://www.helmut-fischer.com.br/pt/brasil/conhecimento/metodos/teste-material/fluorescencia2-raios-x/)>

FORATO, L. A. *et al.* **A Espectroscopia na região do Infravermelho e algumas aplicações**. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – Embrapa Instrumentação. São Carlos, SP, 2010.

GEOLOGY. KING, H. M. **Hematite: Properties, uses, and occurrence of the most important ore of iron**. 2015-2018. Disponível em:

<<https://geology.com/minerals/hematite.shtml>>. Acesso em: 16 abr. 2018.

GONÇALVES, D. **Caracterização Mineralógica Por Difração De Raios-X E O Método Rietveld Da Fração Argila De Um Latossolo Vermelho Distrófico Em Três Manejos Diferentes** – Dissertação de Mestrado – Universidade Estadual de Ponta Grossa – 2008.

GUALTIERI, A. F.; VENTURELLI, P. **In situ study of the goethite-hematite phase transformation by real time synchrotron powder diffraction**. American Mineralogist. Vol. 84, p. 895-904. Università di Modena, Italy, 1999.

HALLIDAY & RESNICK. **Fundamentos da Física Moderna**. Vol. 4, ed. 9, p. 128- 130. 2012.

HENRIQUES, A. B. **Caracterização e estudo das propriedades eletrocinéticas dos minerais de ferro: hematita, goethita e magnetita**. Tese de Doutorado – Universidade Federal de Minas Gerais - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, 2012.

HENRIQUES, A. B.; AGRISANO, L. C. S.; OLIVEIRA, I. M. **Caracterização mineralógica de hematitas do Quadrilátero Ferrífero**. Revista Pensar Engenharia. Vol. 1, Nº1, Abril, 2013. Disponível em: <<http://revistapensar.com.br/engenharia/edicoes-antteriores/edi=1>> . Acesso em: 16 Abr. 2018.

JUNIOR, R. C.; ARAÚJO, A. G.; LLANILLO, R. F. **Plantio direto no sul do Brasil: Fatores que facilitaram a evolução do sistema e o desenvolvimento da mecanização conservacionista**. Instituto Agrônomo do Paraná, IAPAR. P.77, Londrina, 2012.

KLEIN, C.; DUTROW, B. **Manual de ciência dos minerais**. tradução e revisão técnica: Rualdo Menegat.- 23. ed. Cap 16, p 395-425 - Porto Alegre : Bookman, 2012.

LEITE, J. G. **Aplicação das Técnicas de Espectroscopia FTIR e de Micro Espectroscopia Confocal Raman à Preservação do Patrimônio**. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. 2008.

LEITE, Wellington Claiton. **Qualidade do refinamento do método de Rietveld em amostras de solo**. 2012. 113 f. Dissertação (Mestrado em Física) - UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA, Ponta Grossa, 2012.

LESPSCH, I. F. Solos – **Formação e Conservação** – Série Prisma – Brasil. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, 1976. 160p

LIMA, R. S.; AFONSO, J. C.; PIMENTEL, L. C. F. **Raios-x: fascinação, medo e ciência**. Revista Química Nova, Vol. 32, nº 1, p. 263-270. 2009.

LUCHESE, E. B.; FAVERO, L. O. B.; LENZI, E. **Fundamentos da química do solo**. Rio de Janeiro: Freitas Bastos, 2001. p. 182.

LUZ, A. B. *et al.* **Caulim. Rochas e minerais industriais: usos e especificações.** Rio de Janeiro: CETEM-MCT, 2005. p. 231.

LUZ, E. R. **Predição de propriedades de gasolinas usando espectroscopia FTIR e regressão por mínimos quadrados parciais.** Dissertação de Mestrado. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-RIO, Rio de Janeiro, fev. 2003.

MACHADO SÁ, M. F. **Patrimônio natural dos campos gerais paraná.** 1. ed. Capítulo 6. Ponta Grossa: Editora UEPG, 2014.

MAIA, A. **Balanco Mineral Brasileiro: Titânio.** Agencia Nacional de Mineração, 2001. Disponível em: <<http://www.dnrm.gov.br/dnrm/paginas/balanco-mineral/arquivos/balanco-mineral-brasileiro-2001-titanio>>. Acesso em: 21 Abr. 2018.

MAIA, P. D. *et al.* **Estudo Mineralógico dos Sedimentos de Fundo Do Lago Paranoá, Distrito Federal.** Revista Brasileira de Geociências. Vol. 35. P. 535-541. Distrito Federal, dez, 2005.

MATTOSO, M. J.; CRUZ, J. C.; PEREIRA FILHO, I. A. **Custo de produção em plantio direto.** Informe Agropecuário, v.22, n.208, p. 109-116. Belo Horizonte, jan/fev 2001.

MELO, V. F.; SCHAEFER, C. E. G. R.; SINGH, B. *et al.* **Propriedades químicas e cristalográficas da caulinita e dos óxidos de ferro em sedimentos do Grupo Barreiras no município de Aracruz, estado do Espírito Santo.** Revista Brasileira de Ciência do Solo, vol. 26, p. 53-64, 2002.

MURER, E. J. **Fundamentos de química do solo.** Porto Alegre: Genesis, 2000. p. 174.

NETO, L. F. S.; INDA, A. V. **Óxidos De Ferro Em Latossolos Tropicais e Subtropicais Brasileiros Em Plantio Direto.** Revista Brasileira de Ciência dos Solos, 32:1873-1881. 2008.

OLIVEIRA, A. U. **A mundialização da agricultura brasileira.** XII Colóquio Internacional de Geocrítica. Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

OLIVEIRA, E. A. **Confiabilidade Metrológica Na Determinação De Espécies Químicas Em Materiais Siderúrgicos Por Espectrometria De Fluorescência De Raios-X.** Dissertação de Mestrado, PUC-RIO, Rio de Janeiro, Jan. 2011.

OLIVEIRA, J. C. **Preparação E Análise Química De Amostras De Solos E Matéria Vegetal Para A Agricultura Sustentável E Produtiva**. Dissertação de Mestrado. Universidade do Minho. 2017.

PANCHBHAI, A. S. **Wilhelm Conrad Röntgen and the discovery of X-rays: Revisited after centennial**. Review Article. Journal of Indian Academy of Oral Medicine & Radiology. Vol 27, Issue 1. Jan-Mar 2015.

PORTAL MINERAÇÃO, ABC da mineração, **Gibbsita**. Disponível em: <<http://portaldamineracao.com.br/gibbsita/>>. Acesso em 21, abr. 2018.

PRANDEL, L. V. **Integração De Métodos De Caracterização Mineralógica De Solos Cauliníticos**. Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Ponta Grossa. 2015.

QUEIROZ, A.; KUROSAWA, R.; BARRETO, R. **Difração de Raios-X**. Universidade Federal de São Paulo (USP), Laboratório Avançado de Física Computacional, 2013.

ROCHA, G. A. **Síntese e caracterização de hidróxidos de alumínio com duas dimensões nanométricas (morfologia fibrilar) ou com uma dimensão nanométrica (morfologia de placas/lâminas)**. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo. São Paulo, 2013. Disponível em: <file:///C:/Users/Itautec/Downloads/Tese_Gisele_de_Araujo_Rocha.pdf>. Acesso em: 21, abr. 2018.

SAMPAIO, E. P. M. **Mineralogia do Solo**. Departamento de Geociências Universidade de Évora, 2006.

SANTANA, G. P., RAMOS, A. M., FABRIS, J. D. **Uma estratégia adaptada para síntese de magnetita**. Revista Química Nova, vol. 31, No.2, p. 430-432, 2008.

SANTOS, Carla OP. Aplicações do Método de Rietveld. Instituto de Química. Unesp, 2006.

SANTOS, E. S. *et al*, **Espectrometria De Fluorescência De Raios-X Na Determinação De Espécies Químicas**. Enciclopédia Biosfera, Centro Científico Conhecer. V.9, n.17, p. 3413. Goiânia, 2013.

SILVA, H. H. A. B.. **Caracterização mineralógica e filiação da vermiculita da mina cerrado III – Sancelândia-GO**. 2006. Dissertação (mestrado) – Programa de pós graduação em Geologia da Universidade de Brasília – UnB. Brasília, 2006.

TEIXEIRA, J. C. **Modernização da Agricultura no Brasil: Impactos Econômicos, Sociais e Ambientais.** Revista Eletrônica da Associação dos Geógrafos Brasileiros. Seção Três Lagoas. Vol. 2, nº2. Três Lagoas, Mato Grosso de Sul. Set., 2005.

TORMENA, C. A.; ROLOFF, G.; SÁ, J. C. M. **Propriedades físicas do solo sob plantio direto influenciadas por calagem, preparo inicial e tráfego.** Revista Brasileira de Ciência dos Solo, 22: p. 301-309, 1998.

UGARTE, J. F. O.; SAMPAIO, J. A. FRANÇA, S. C. A. **Vermiculita. Rochas e minerais industriais:** usos e especificações. Rio de Janeiro: CETEM-MCT, 2005. p. 677.

Artigos Publicados

- <http://www.revistas2.uepg.br/index.php/ret/article/view/11901>
- http://www.inicepg.univap.br/cd/INIC_2017/anais/arquivos/RE_1057_1254_01.pdf